

403446

403446

PATENTE DE INVENCION

SC 3924.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE: _____
SUBCLASE _____



Memoria Descriptiva

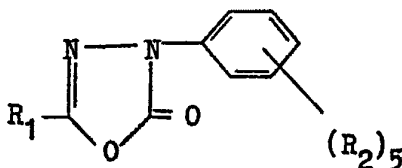
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DE LA
OXADIAZOLONA.

Solicitante RHONE-POULENC S.A., entidad francesa, residente en
22 Avenue Montaigne, Paris 8^e, Francia.

Int. Cl.²: C07D

La presente invención se refiere a un procedi-
miento para la obtención de nuevos derivados de la oxadia-
zolona, de fórmula general:





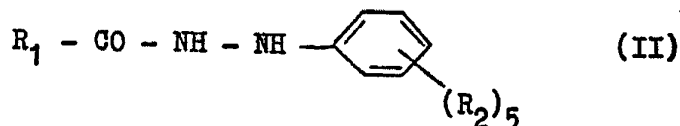
y a las composiciones que les contienen.

En la fórmula general (I),

R_1 representa un radical alquilo recto o ramificado que contenga de 1 a 3 átomos de carbono, y los símbolos

5. R_2 representan átomos o radicales monovalentes, idénticos o diferentes, elegidos de entre los átomos de hidrógeno y de halógeno y los radicales alquilos que contienen de 1 a 4 átomos de carbono y alquiloilos cuya parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

10. Según la invención, los nuevos productos de fórmula general (I) pueden prepararse por acción del fosgeno sobre una hidrazida de fórmula general:



en la que R_1 y R_2 se definen como precedentemente.

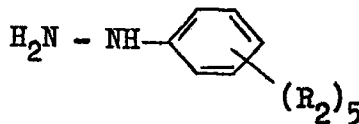
15. Generalmente la reacción se efectúa en un disolvente orgánico a una temperatura comprendida entre 20 y 120°C. Como disolvente orgánico se utiliza por ejemplo un hidrocarburo aromático tal como el benceno o el tolueno o un éter y como el dioxano.

20. La hidrazida de fórmula general (II) puede obtenerse por acción de un ácido de fórmula general:



en la que R_1 se define como precedentemente, o de un derivado de este ácido tal como el cloruro o el anhídrido,

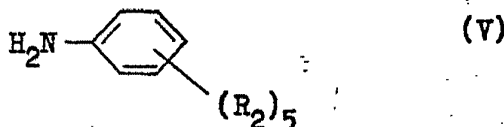
25. sobre una hidrazina de fórmula general:



en la que R_2 se define como precedentemente.

La hidrazina de fórmula general (IV) puede obtenerse a partir de una anilina de fórmula general:

5.

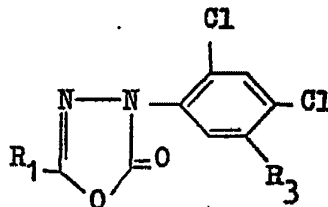


en la que R_2 se define como precedentemente, por diazotación y a continuación reducción de la sal de diazonio con cloruro estannoso.

10.

La anilina de fórmula general (V) puede obtenerse por reducción del derivado nitrado correspondiente.

Los nuevos derivados de fórmula general (I), y más particularmente los de fórmula general:



15.

en la que R_1 se define como precedentemente y R_3 representa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo, cuya parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono, presentan notables propiedades herbicidas utilizables en



agricultura.

Los nuevos productos de fórmula general (I) manifiestan una actividad por lo menos igual a la de los productos específicamente descritos en la patente francesa

5. 1.394.774 y presentan una mayor selectividad.

Los ejemplos siguientes, dados a título no limitativo, ilustran la preparación de los productos de fórmula general (I).

Ejemplo 1

10. Se añaden 66,5 g de isobutiril-1 (dicloro-2,4 isopropiloxi-5 fenil)-2 hidrazina en 322 cm³ de una solución toluénica de fosgeno al 20 % y se calienta progresivamente la mezcla al reflujo hasta cese del desprendimiento gaseoso. Tras concentración de la solución toluénica bajo presión reducida (25 mm de mercurio) a 55°C, se recristaliza el sólido residual en etanol. Se obtienen así 63 g de (dicloro-2,4 isopropiloxi-5 fenil)-3 isopropil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2 que funde a 96°C.

20. La isobutiril-1 (dicloro-2,4 isopropiloxi-5 fenil)-2 hidrazina (PF = 165°C) de partida puede obtenerse por acción del cloruro de isobutirilo sobre la dicloro-2,4 isopropiloxi-5 fenilhidrazina.

Ejemplo 2

25. Se calientan a 85°C, hasta cese del desprendimiento gaseoso, la mezcla de 20 g de isobutiril-1 (dicloro-2,4 fenil)-2 hidrazina y de 160 cm³ de solución toluénica de fosgeno al 20 %. Se evapora el disolvente bajo presión reducida (20 mm de mercurio) a 60°C y se destila el aceite residual bajo presión reducida. Se obtienen de este modo 18 g de (dicloro-2,4 fenil)-3 isopropil-5 oxa-

30.

403446 - 5 -



diazol-1,3,4 ona-2 en forma de un aceite (P.E._{0,2} = 128-131°C) que cristaliza lentamente. Tras recristalización en éter de petróleo (P.E. = 40-60°C) el producto funde a 43°C.

5. La isobutiril-1 (dicloro-2,4 fenil)-2 hidrazina (PF = 143°C) puede prepararse haciendo reaccionar a 100°C, ácido isobutírico sobre la dicloro-2,4 fenilhidrazina.

Operando como precedentemente a partir de materias primas convenientes, se obtienen los siguientes productos:

10.

- (dicloro-2,4 isopropiloxi-5 fenil)-3 etil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2 que funde a 66°C.
- (dicloro-2,4 isopropiloxi-5 fenil)-3 propil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2 que funde a 59°C.

15.

En razón de las notables propiedades que poseen, los productos de fórmula general (I) pueden utilizarse para el tratamiento de cultivos en los que las gramíneas constituyen las plantas parásitas. Pueden utilizarse por ejemplo para la lucha contra el Panicum en los cultivos de arroz. En dichos tratamientos estos productos pueden emplearse a razón de 0,5 a 25 kg por hectárea.

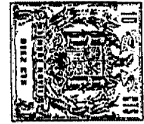
20.

La presente invención se refiere igualmente a las composiciones herbicidas que contienen al menos una oxadiazolona de fórmula general (I) en asociación con uno o con varios diluyentes compatibles y convenientes para el empleo en agricultura y, eventualmente, con otros herbicidas, fungicidas o insecticidas compatibles. En estas composiciones el contenido en producto activo pueda estar comprendido entre 0,005 y 80 % en peso.

25.

30.

Las composiciones pueden ser sólidas o pulveru-



- lentas si se emplea un diluyente sólido pulverulento compatible tal como el talco, la magnesia calcinada, el kieselguhr, el fosfato tricálcico, el polvo de corcho, el negro adsorbente o también una arcilla como el caolin
5. o la bentonita. Estas composiciones sólidas se preparan ventajosamente por molido del compuesto activo con el diluyente sólido o por impregnación del diluyente sólido con una solución del compuesto activo en un disolvente volátil, evaporación del disolvente y, si es necesario, molido del producto con el fin de obtener un polvo.
10. También se pueden obtener composiciones líquidas utilizando un diluyente líquido en el que el o los productos según la invención se disuelven o dispersan. La composición puede presentarse en forma de una suspensión, de una emulsión o de una solución en un medio orgánico o
15. hidro-orgánico. Las composiciones en forma de dispersiones, soluciones o emulsiones pueden contener agentes humectantes, dispersantes o emulsificantes del tipo iónico o no iónico, por ejemplo sulfuricinoleatos, sales de amonio
20. cuaternario o productos a base de condensados de óxido de etileno, tales como los condensados de óxido de etileno con octilfenol, o ésteres de ácidos grasos de anhidrosorbitoles que se han solubilizado por eterificación de los
25. radicales hidroxilos libres por condensación con óxido de etileno. Es preferible utilizar agentes del tipo no-iónico, porque no son sensibles a los electrolitos. Cuando se desean emulsiones, los productos según la invención pueden utilizarse en forma de concentrados autoemulsionables que contengan la sustancia activa disuelta en el agente
30. dispersante o en un disolvente compatible con el citado

403446

- 7 -



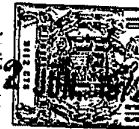
agente, permitiendo una simple adición de agua obtener composiciones listas para su empleo.

El ejemplo siguiente ilustra una composición según la invención:

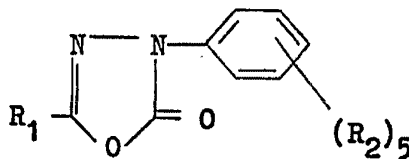
5. A 1.000 g de (dicloro-2,4 fenil)-3 isopropil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2, se añaden 100 g de un producto humectante obtenido por condensación de óxido de etileno y octilfenol, a razón de 10 moléculas de óxido de etileno por molécula de octilfenol. Esta mezcla se disuelve entonces en una mezcla de volúmenes iguales de acetofenona y de tolueno; el volumen de la solución se completa a 2.000 cm³ por medio de la misma mezcla de disolventes. Esta solución puede emplearse, tras dilución a 1.000 litros con agua, para luchar, por ejemplo, contra el Panicum en cultivos de arroz. La solución diluida obtenida permite el tratamiento de una hectárea de cultivo.
- 10.
- 15.

NOTA

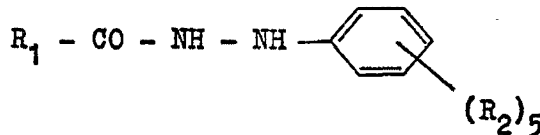
- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con el nº 71.19.981 de 2 de junio de 1971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DE LA OXADIAZOLONA; caracterizándose por lo siguiente:
- 20.
 - 25.
 - 30.



1.- Procedimiento para la obtención de derivados de la oxadiazolona, de fórmula general:



5. en la que R_1 representa un radical alquilo recto o ramificado que contiene de 1 a 3 átomos de carbono y los símbolos R_2 representan átomos o radicales monovalentes, idénticos o diferentes, elegidos entre los átomos de hidrógeno y de halógeno y los radicales alquilos que contienen de 1 a 4 átomos de carbono y alquilo xilos cuya
10. parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono, caracterizado porque se hace reaccionar el fosgeno sobre una hidrazida de fórmula general:



en la que R_1 y R_2 se definen como precedentemente.

15. 2.- Procedimiento para la obtención de derivados de la oxadiazolona, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 8 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid,

2 JUN. 1972

RHONE-POULENC S.A.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. r. Firmador J. Suarez Diaz

José Suarez