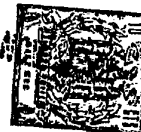


PATENTE DE INVENCION

SC 3970/4104/I.



406549

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.

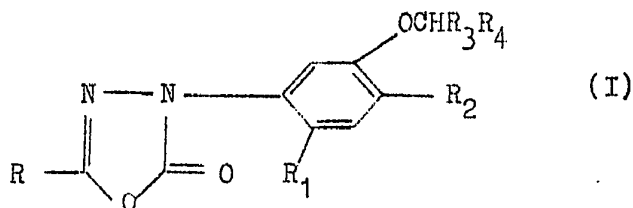
F.E. 28-4-75

Int. Cl.²: C07D

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de derivados de la oxadiazolona, que poseen en particular una actividad herbicida, así como, a las nuevas composiciones que contienen estos productos y a su empleo para la destrucción de plantas perjudiciales.



Los nuevos productos según la invención son derivados de la oxadiazolona de fórmula general:

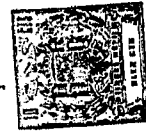


en la que:

5. R representa un radical alquilo recto o ramificado que contiene de 1 a 4 átomos de carbono o un radical cicloalquilo que contiene de 3 a 6 átomos de carbono,
- R_1 y R_2 , idénticos o diferentes, representan átomos de hidrógeno o de halógeno o radicales alquilo que contienen de 1 a 4 átomos de carbono,
10. R_3 representa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono o alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono,
- R_4 representa un radical carboxi.
15. Según la invención, los productos de fórmula general (I) pueden obtenerse por hidrólisis ácida o alcalina, según los métodos habituales, de un producto de fórmula general (I) en la que R_4 represente un radical alquilo oxycarbonilo cuya parte alquilo contenga de 1 a 4 átomos de carbono.
- 20.

Los nuevos productos según la invención presentan propiedades herbicidas notables. Pueden utilizarse en tratamiento de pre- o post-brote. Su actividad se ejerce principalmente sobre las gramíneas y se manifiesta de una forma interesante igualmente sobre dicotiledóneas. Son activos a dosis comprendidas entre 0,25 y 5 kg/ha.

25.



De un interés particular son los productos de fórmula general (I) en la que R representa un radical terciobutilo, R₁ y R₂ representan cada uno un átomo de halógeno, preferentemente un átomo de cloro, y R₃ representa un radical alquilo.

5.

La presente invención se refiere igualmente a las composiciones herbicidas que contienen como producto activo al menos un producto de fórmula general (I) en asociación con uno o varios diluyentes compatibles y convenientes para la utilización en agricultura. Estas composiciones pueden contener igualmente otros pesticidas compatibles tales como herbicidas, insecticidas y fungicidas. En estas composiciones el contenido en producto de fórmula general (I) puede estar comprendido entre 80 y 0,005 %.

10.

15.

Las composiciones pueden ser sólidas 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 por ejemplo el caolín o la bentonita. Estas composiciones sólidas se preparan ventajosamente por trituración 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, trituración del producto con el fin de obtener un polvo.

20.

25.

Se pueden obtener también 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 hidro

30.



- 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 sulforricinolatos, sales de amonio cuaternario o productos de base de condensados de óxido de etileno tales como los condensados de óxido de etileno con el octilfenol, o ésteres de ácidos grasos de anhidro-sorbitoles que se han solubilizado por eterificación de los radicales hidroxilos libres por condensación con óxido de etileno.
5. Es preferible utilizar agentes del tipo no-iónico, porque no son sensibles a los electrolitos. Cuando se desean emulsiones, las oxadiazolonas según la invención pueden utilizarse en forma de concentrados autoemulsionables que contienen la sustancia activa disuelta en el agente dispersante o en un disolvente compatible con el citado agente, permitiendo una simple adición de agua obtener composiciones listas para su empleo.
10. 15.

- Las composiciones según la invención pueden utilizarse en pre-brote o en post-brote para destruir las mono- y las dicotiledóneas parásitas. Además, los productos de fórmula general (I) presentan una actividad selectiva, las composiciones según la invención pueden utilizarse para desherbar selectivamente ciertos cultivos. Pueden emplearse por ejemplo para destruir el vulpino en los cultivos de trigo.
20. 25.

Generalmente, las dosis a utilizar corresponden al empleo de 0,25 a 5 kg de materia activa por hectárea.

- Los ejemplos siguientes ilustran a título no limitativo los productos según la invención y su procedimiento de preparación.
- 30.



EJEMPLO 1

Se calienta a 80°C durante 24 horas la solución de 7,5 g de [dicloro-2,4 (metoxicarbonil-1 etoxi)-5 fenil]-3 terciobutil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2, 15,5 cm³ de ácido clorhídrico (d = 1,18) y 150 cm³ de dioxano. Tras refrigeración, la solución se vierte sobre 750 cm³ de agua y el precipitado formado se separa por filtración, se lava por 10 veces 25 cm³ de agua y a continuación se vierte en 200 cm³ de solución de bicarbonato potásico al 10 %. Tras 30 minutos de agitación, se añade a la solución ligeramente turbia 2 g de negro decolorante, a continuación se agita aún durante 15 minutos. Se filtra. El filtrado se acidifica a pH 1 con ácido clorhídrico (d = 1,18). El precipitado formado se separa por filtración, se lava por 10 veces 20 cm³ de agua y a continuación se seca bajo presión reducida (0,5 mm de mercurio) a 20°C. Se obtienen así 5,2 g de [dicloro-2,4 (carboxi-1 etoxi)-5 fenil]-3 terciobutil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2 que funde a 171°C.

EJEMPLOS 2 a 4

Operando como en el ejemplo 1, se obtienen los productos siguientes:

Ejemplo	R	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	P.F. °C
2	C(CH ₃) ₃	Cl	Cl	H	COOH	179
3	C(CH ₃) ₃	Cl	H	CH ₃	COOH	159
4	C(CH ₃) ₃	Cl	CH ₃	CH ₃	COOH	160

EJEMPLO 5

Se calienta a 80°C durante 24 horas la solución de 20 g de [dicloro-2,4 (metoxicarbonil-1 etoxi)-5 fenil]-3 ciclopropil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2, de 43 cm³ de ácido



- clorhídrico (d = 1,18) y de 400 cm³ de dioxano. Tras refrigeración, la solución se vierte sobre 2 litros de agua. El precipitado formado se separa por filtración, se lava por 2 veces 100 cm³ de agua y a continuación se añade a 260 cm³ de solución de bicarbonato potásico al 10 %. Se agita durante 20 minutos, se separa el insoluble por filtración, a continuación se acidifica el filtrado por adición de 22 cm³ de ácido clorhídrico (d = 1,18). El producto que sobrenada se extrae por 200 cm³ de cloruro de metileno y la solución clorometilénica se lava por 100 cm³ de agua. Tras secado sobre sulfato sódico se elimina el disolvente bajo presión reducida (20 mm de mercurio) a 55°C. Se obtienen de este modo 17,3 g de [dicloro-2,4 (carboxi-1 etoxi)-5 fenil]-3 ciclopropil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2 en forma de una masa vítrea que cristaliza lentamente (P.F. = 126-127°C).
- 5.
- 10.
- 15.

El ejemplo siguiente ilustra composiciones según la invención:

EJEMPLO A

- Se prepara un polvo humectable al 50 % de producto activo operando de la manera siguiente:
- A 50 partes de [dicloro-2,4 (carboxi-1 etoxi)-5 fenil]-3 terciobutil-5 oxadiazol-1,3,4 ona-2, se añade 1 parte de Tween 80 (monooleato del derivado polioxietilénico del sorbitol), 20 partes de lignosulfato cálcico y 29 partes de kieselguhr 23. Tras triturado y tamizado, el polvo obtenido se utiliza tras dilución en agua para destruir las malas hierbas.
- 20.
- 25.

N O T A
=====

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe
- 30.

406549



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 dos solicitudes de patente presentadas en Francia con los nos. y fechas:

5.

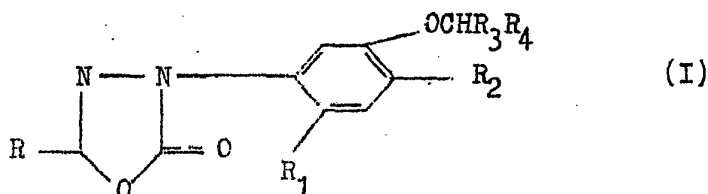
71 32 587 de 9 de septiembre de 1971 y 72 24 327 de 5 de julio de 1972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo

10.

que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DERIVADOS DE LA OXADIAZOLONA; caracterizándose por lo siguiente:

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

15.



en la que R representa un radical alquilo recto o ramificado que contiene de 1 a 4 átomos de carbono o un radical cicloalquilo que contiene de 3 a 6 átomos de carbono, R₁ y R₂, idénticos o diferentes, representan átomos de hidrógeno o de halógeno o radicales alquilos que contienen de 1 a 4 átomos de carbono, R₃ representa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono o alquiloxilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, y R₄ representa un radical carboxi, caracterizado porque se hidroliza un producto de fórmula general (I) en la que R₄ representa un radical alquiloxicarbonilo

20.

25.



cuya parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

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

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

24 NOV. 1972

Madrid,

RHONE-POULENC, S.A.

A. GOMEZ ACEBO Y MODELL
Ingenieros de la Granja de San Ildefonso