

13 DIC. 1975

443472

P.- 61.883

Case 233-A

Int. Cl. 2. C07D // A01N.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de VELVICOL CHEMICAL CORPORATION

entidad norteamericana

establecida en 341 East Ohio Street, Chicago (Cook County),  
Illinois 60611, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVAS TIA-  
DIAZOLILIMIDAZOLINAS"

2-12-75

- 1 -

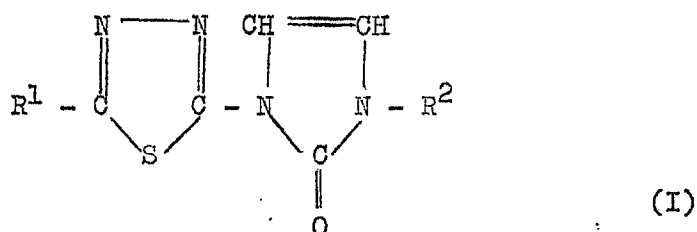
NUEVAS TIADIAZOLILIMIDAZOLINAS Y METODO PARA CRECIMIENTO  
DE LAS PLANTAS

Memoria descriptiva

5

Esta invención se refiere a nuevas composiciones de materia y más específicamente se refiere a nuevos compuestos de la fórmula

10



15

en la que R<sup>1</sup> se selecciona del grupo constituido por alcoholo, alqueno, cloroalcoholo, trifluorometilo, alcoxi, alcoholtio, alcoholisulfonilo, alcoholisulfinilo y cicloalcoholo de 3 a 7 átomos de carbono opcionalmente sustituidos con 1 a 2 sustituyentes seleccionados del grupo constituido por alcoholo, alcoxi y halógeno; y R<sup>2</sup> es alcoholo.

20

Los compuestos de esta invención tienen la propiedad de aumentar el rendimiento de los alimentos ve-

25

getales en sus órganos de acumulación cuando se tratan con aquéllos plantas provistas de órganos de acumulación.

5 En una realización preferida de esta invención,  $R^1$  se selecciona del grupo constituido por alcohol inferior, alqueno inferior, cloroalcohol inferior, trifluorometilo, alcoxi inferior, alcoholtio inferior, alcohol sulfonilo inferior, alcohol sulfonilo inferior y cicloalcohol de 3 a 7 átomos de carbono opcionalmente  
10 sustituidos con 1 a 2 sustituyentes seleccionados del grupo constituido por alcohol inferior, alcoxi inferior, cloro, bromo y flúor; y  $R^2$  es alcohol inferior.

El término inferior, tal como se utiliza en esta memoria, designa una cadena de carbonos recta o ramificada, de hasta seis átomos de carbono.  
15

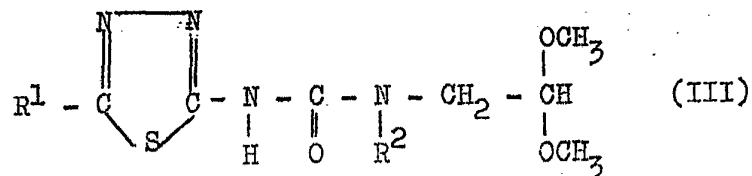
Se han investigado una diversidad de productos químicos como estimulantes y promotores del crecimiento de las plantas en intentos para aumentar el rendimiento obtenido de las cosechas cultivadas. Estas investigaciones han alcanzado éxitos variables pero no han con-  
20 ducido a composiciones de significación comercial alguna. En muchos casos, el beneficio logrado con tales composiciones se ve contrarrestado por el deterioro producido a la planta, tal como desfiguración.

25 Se ha encontrado ahora que los compuestos arri-



el compuesto de la fórmula II con una cantidad aproxima-  
 damente equimolar o una cantidad en ligero exceso molar  
 de cloruro de tionilo. Esta reacción puede llevarse a ca-  
 bo por adición del cloruro de tionilo a una solución del  
 5 compuesto de la fórmula II en un disolvente orgánico iner-  
 te tal como cloruro de metileno a una temperatura de apro-  
 ximadamente 0°C a aproximadamente 20°C. Una vez que se ha  
 completado la adición, la mezcla de reacción puede dejar-  
 se en reposo a la temperatura ambiente durante un período  
 10 comprendido entre aproximadamente 1 y aproximadamente 24  
 horas para asegurar la terminación de la reacción. Después  
 de este período de tiempo, la mezcla de reacción puede li-  
 berarse del disolvente por arrastre con vapor a presión  
 reducida para obtener el producto deseado como residuo.  
 15 Este producto puede utilizarse luego como tal o bien puede  
 purificarse adicionalmente por técnicas convencionales ta-  
 les como recristalización, etc.

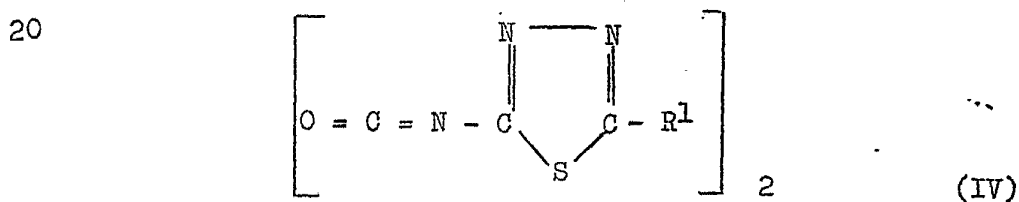
Los compuestos de fórmula II pueden prepararse  
 fácilmente por calentamiento de un compuesto de la fór-  
 20 mula



25

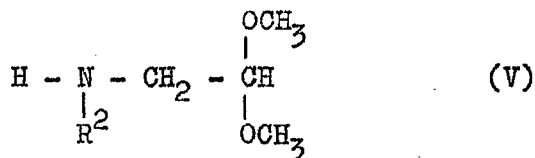
en la que  $R^1$  y  $R^2$  son como se ha descrito anteriormente,  
 en un medio de reacción ácido acuoso y diluido, durante  
 un período de tiempo de aproximadamente 10 a aproximada-  
 5 prendidas entre aproximadamente 70°C y la temperatura  
 de reflujo de la mezcla de reacción. El medio de reacción  
 puede comprender un ácido inorgánico acuoso diluido tal  
 como ácido clorhídrico a una concentración comprendida  
 entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 5 por ciento.  
 10 Una vez completada la reacción, el producto deseado pue-  
 de recuperarse en forma de precipitado por enfriamiento  
 de la mezcla de reacción. Este producto puede utilizarse  
 como tal, o se puede purificar ulteriormente por medios  
 convencionales tales como recristalización y análogos.

15 Los compuestos de fórmula III pueden prepa-  
 rarse haciendo reaccionar una cantidad molar de un iso-  
 cianato dímero de la fórmula



en la que R<sup>1</sup> es como se ha descrito anteriormente en esta memoria, con aproximadamente dos cantidades molares de un dimetil-acetal de la fórmula

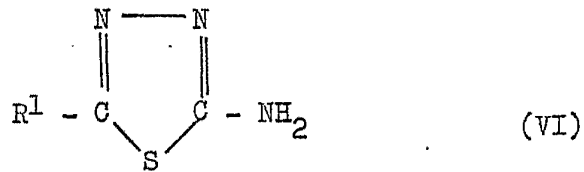
5



en la que R<sup>2</sup> es como se ha descrito anteriormente. Esta  
10 reacción puede efectuarse por calentamiento de una mezcla del isocianato dímero y el acetal en un medio de reacción orgánico inerte tal como benceno a la temperatura de reflujo de la mezcla de reacción. El calentamiento a reflujo puede continuarse durante un período comprendido  
15 entre aproximadamente 2 y aproximadamente 30 minutos para asegurarse de la terminación de la reacción. Después de este tiempo, el producto deseado puede recuperarse por evaporación del medio de reacción y puede utilizarse como tal o puede purificarse ulteriormente por métodos clásicos en la técnica.  
20

El isocianato dímero de la fórmula IV puede prepararse por reacción de un tiadiazol de la fórmula

25



5

en la que R<sup>1</sup> es como se ha descrito anteriormente, con  
 fosgeno. Esta reacción puede efectuarse por adición de  
 una suspensión o solución del tiadiazol, en un disolven-  
 10 te orgánico adecuado tal como acetato de etilo, a una so-  
 lución saturada de fosgeno en un disolvente orgánico tal  
 como acetato de etilo. La mezcla resultante puede agi-  
 tarse a la temperatura ambiente durante un período de  
 aproximadamente 4 a aproximadamente 24 horas. La mezcla  
 15 de reacción puede purgarse luego con nitrógeno gaseoso pa-  
 ra separar el fosgeno que no ha reaccionado. El producto  
 deseado puede recuperarse luego por filtración si se en-  
 cuentra en forma de un precipitado, o por evaporación del  
 disolvente orgánico utilizado si es soluble en el mismo.  
 20 Este producto puede utilizarse como tal, o bien puede pu-  
 rificarse ulteriormente si se desea.

Tiadiazoles ilustrativos de fórmula VI útiles  
 para la preparación de los compuestos de la presente in-  
 vención son 5-metil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-etil-2-ami-  
 25 no-1,3,4-tiadiazol, 5-propil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-

-alil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-pent-3-enil-2-amino-1,3,4-  
-tiadiazol, 5-clorometil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5- $\beta$ -clo-  
roetil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5- $\gamma$ -cloropropil-2-amino-  
-1,3,4-tiadiazol, 5-triclorometil-2-amino-1,3,4-tiadiazol,  
5 5-metoxi-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-etoxi-2-amino-1,3,4-  
-tiadiazol, 5-propoxi-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-butiloxi-  
-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-hexiloxi-2-amino-1,3,4-tiadia-  
zol, 5-metiltio-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-etiltio-2-ami-  
no-1,3,4-tiadiazol, 5-propiltio-2-amino-1,3,4-tiadiazol,  
10 5-butiltio-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-metilsulfonil-2-ami-  
no-1,3,4-tiadiazol, 5-etilsulfonil-2-amino-1,3,4-tiadia-  
zol, 5-butilsulfonil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-metilsul-  
finil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-etilsulfinil-2-amino-  
-1,3,4-tiadiazol, 5-propilsulfinil-2-amino-1,3,4-tiadia-  
15 zol, 5-t-butil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-trifluorometil-  
-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-ciclopropil-2-amino-1,3,4-tia-  
diazol, 5-ciclobutil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-ciclopent-  
til-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-ciclohexil-2-amino-1,3,4-  
-tiadiazol, 5-cicloheptil-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(2-  
20 -metilciclopropil)-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(3-etilci-  
clopentil)-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(4-propilciclohe-  
xil)-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(1-metilciclohexil)-2-ami-  
no-1,3,4-tiadiazol, 5-(4-clorociclohexil)-2-amino-1,3,4-  
-tiadiazol, 5-(4-bromociclohexil)-2-amino-1,3,4-tiadiazol,  
25 5-(4-fluorociclohexil)-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(3-meto-

xicicloheptil)-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(3-hexilciclo-  
pentil)-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(4-hexiloxiciclohexil)-  
-2-amino-1,3,4-tiadiazol, 5-(4-yodociclohexil)-2-amino-  
-1,3,4-tiadiazol, etcétera.

5 La manera en que pueden prepararse los com-  
puestos de esta invención se ilustra más específicamente  
en los ejemplos que siguen.

#### Ejemplo 1

10 Preparación de 5-trifluorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il-  
-isocianato dímero

Una solución saturada de fosgeno en acetato  
de etilo (100 ml) se cargó en un matraz de reacción de  
15 vidrio equipado con un agitador mecánico. Se añadió al  
matraz de reacción una suspensión de 5-trifluorometil-2-  
-amino-1,3,4-tiadiazol (45 gramos) en acetato de etilo  
(300 ml), y la mezcla resultante se agitó durante un pe-  
ríodo de aproximadamente 16 horas, dando como resultado  
20 la formación de un precipitado. La mezcla de reacción se  
purgó luego con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosge-  
no que no había reaccionado. La mezcla purgada se filtró  
para recuperar 48 gramos de un sólido blanco. Este sólido  
se recrystalizó en dimetilformamida para dar el producto  
25 deseado, 5-trifluorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato

dímero.

### Ejemplo 2

Preparación del dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-trifluo-  
5 rometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido)acetaldehido

Una mezcla de 5-trifluorometil-1,3,4-tiadia-  
zol-2-il-isocianato dímero (9,5 g), el dimetil-acetal de  
2-metilaminoacetaldehido (5,8 g) y benceno (60 ml), se  
10 carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un  
agitador mecánico y un condensador de reflujo. La mezcla  
de reacción se calienta a reflujo durante un período de  
aproximadamente 15 minutos. Después de este tiempo, la  
mezcla se libera de benceno por destilación de arrastre  
15 a presión reducida para dar un producto sólido como resi-  
duo. Este producto se recristaliza en heptano para dar el  
producto deseado, el dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-  
-trifluorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido)acetaldehido,  
que tiene un punto de fusión de 101 a 102°C.

20

### Ejemplo 3

Preparación de 1-(5-trifluorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-  
-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

25

El dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-trifluo-

rometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldhído (15 g),  
agua (400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargaron a un  
matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador me-  
cánico, termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de  
5 reacción se calentó a reflujo durante un período de apro-  
ximadamente 15 minutos. La mezcla de reacción se filtró  
luego mientras estaba todavía caliente, y el filtrado se  
enfrió, dando ello como resultado la formación de un preci-  
pitado. El precipitado se recuperó por filtración, se se-  
10 có y se recristalizó en una mezcla acetato de etilo-hexano  
para dar el producto deseado, 1-(5-trifluorometil-1,3,4-  
-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona,  
que tenía un punto de fusión de 136 a 138°C.

15

#### Ejemplo 4

#### Preparación de 1-(5-trifluorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3- -metil-1,3-imidazolin-2-ona

Una solución de 1-(5-trifluorometil-1,3,4-tia-  
20 diazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (7  
g) en cloruro de metileno (50 ml) se cargó en un matraz de  
reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un  
termómetro. La solución se enfrió a una temperatura de  
aproximadamente 10°C, y se añadió con agitación cloruro de  
25 tionilo (3 ml). Una vez que se hubo completado la adición,

la mezcla de reacción se dejó en reposo a la temperatura ambiente durante la noche. Pasado este tiempo, la mezcla de reacción se liberó de cloruro de metileno por destilación de arrastre a vacío, dejando un residuo sólido. El residuo se recristalizó en heptano para dar el producto deseado, 1-(5-trifluorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, que tenía un punto de fusión de 135 a 137°C.

10

#### Ejemplo 5

#### Preparación de 5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero

Una solución saturada de fosgeno en acetato de etilo (100 ml) se introdujo como carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico. Se añadió una suspensión de 5-t-butil-2-amino-1,3,4-tiadiazol (10 g) en acetato de etilo (300 ml) al matraz de reacción, y la mezcla resultante se agitó durante un período de aproximadamente 16 horas, lo que dió como resultado la formación de un precipitado. La mezcla de reacción se purgó luego con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosgeno que no había reaccionado. La mezcla purgada se filtró después para recuperar el producto deseado, 5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero, en forma de un sólido

25

que tenía un punto de fusión de 261 a 263°C.

#### Ejemplo 6

#### Preparación del dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido)acetaldehido

5

10

15

20

Una mezcla de 5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímico (6 g), el dimetil-acetal de 2-metilaminoacetaldehido (3,9 g) y benceno (50 ml) se cargó en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un condensador de reflujo. La mezcla de reacción se calentó a reflujo, con agitación, durante un período de aproximadamente 5 minutos. Pasado este tiempo, la mezcla de reacción se liberó de benceno por destilación de arrastre para dar un aceite que solidificó al dejarlo en reposo. El sólido resultante se recrystalizó luego en pentano para dar el producto deseado, el dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido)acetaldehido, que tenía un punto de fusión de 80 a 82°C.

#### Ejemplo 7

#### Preparación de 1-(5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

25

El dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-t-butil-

5     -1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldehído (16 g), ácido  
clorhídrico concentrado (10 ml) y agua (500 ml), se in-  
trodujo en un matraz de reacción de vidrio equipado con  
un agitador mecánico, un termómetro y un condensador de  
reflujo. La mezcla de reacción se calentó a reflujo duran-  
te un período de aproximadamente 15 minutos. La mezcla de  
reacción se filtró en caliente y el filtrado se enfrió  
luego, lo que dió como resultado la formación de un preci-  
pitado. El precipitado se recuperó por filtración, se se-  
10   có y se recristalizó en una mezcla benceno-hexano, para  
dar el producto deseado, 1-(5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-  
-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona, que tenía  
un punto de fusión de 133 a 134°C.

15

#### Ejemplo 8

#### Preparación de 1-(5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil- -1,3-imidazolin-2-ona

20     Una solución de 1-(5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-  
-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (7 g) en  
cloruro de metileno (50 ml) se cargó en un matraz de reac-  
ción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un ter-  
mómetro. La solución se enfrió a una temperatura de apro-  
ximadamente 10°C y se añadió cloruro de tionilo (3 ml) con  
25   agitación. Una vez que se hubo completado la adición, la

mezcla de reacción se dejó en reposo a la temperatura ambiente durante la noche. Después de este tiempo, la mezcla de reacción se liberó de cloruro de metileno por destilación de arrastre a vacío, dejando un residuo sólido.

5 El residuo se recristalizó luego en hexano para dar el producto deseado, 1-(5-t-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, que tenía un punto de fusión de 114 a 116°C.

10

#### Ejemplo 9

#### Preparación de 5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dimero

Una solución saturada de fosgeno en acetato de etilo (100 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico. Una suspensión de 5-metil-2-amino-1,3,4-tiadiazol (40 g) en acetato de etilo (300 ml) se añade al matraz de reacción, y la mezcla resultante se agita durante un período de aproximadamente 15 16 horas, lo que da como resultado la formación de un precipitado. La mezcla de reacción se purga luego con nitrógeno gaseoso para separar el fosgeno que no ha reaccionado. La mezcla purgada se filtra después para recuperar el precipitado. El precipitado se recristaliza después para 20 25 dar el producto deseado, 5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il-iso-

cianato dímero.

Ejemplo 10

Preparación del dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-metil-  
5 -1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido)acetaldehido

Una mezcla de 5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il-iso-  
cianato dímero (0,05 moles), el dimetil-acetal de 2-metila-  
minoacetaldehido (0,1 mol) y benceno (60 ml) se carga en  
10 un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador  
mecánico y condensador de reflujo. La mezcla de reacción  
se calienta a reflujo durante un período de aproximadamen-  
te 15 minutos. Después de este tiempo, la mezcla se libera  
de benceno por destilación de arrastre a presión reducida  
15 para dar un producto sólido como residuo. El residuo se  
recristaliza luego para dar el producto deseado, es decir,  
el dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-metil-1,3,4-tiadia-  
zol-2-il)ureido)acetaldehido.

20

Ejemplo 11

Preparación de 1-(5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-  
-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

25

El dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-metil-  
-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido)acetaldehido (15 g), agua

(400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargan en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico, termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de reacción se calienta a reflujo durante un período de aproximadamente 5 15 minutos. La mezcla de reacción se filtra después en caliente y el filtrado se enfría para formar un precipitado. El precipitado se recupera por filtración, se seca y se recristaliza para dar el producto deseado, 1-(5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-10 -2-ona.

#### Ejemplo 12

#### Preparación de 1-(5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona

15 Una solución de 1-(5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (7 gramos) en cloruro de metileno (50 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un termómetro. La solución se enfría a una temperatura de aproximadamente 10°C, y se añade cloruro de tionilo (3 ml) 20 con agitación. Una vez que se ha completado la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo a la temperatura ambiente durante la noche. Pasado este tiempo, la mezcla de 25 reacción se libera de cloruro de metileno por destilación

de arrastre a vacío, dejando un residuo sólido. El residuo se recristaliza luego para dar el producto deseado, 1-(5-metil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona.

5

### Ejemplo 13

#### Preparación de 5-metoxi-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímico

10

Una solución saturada de fosgeno en acetato de etilo (100 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico. Se añade al matraz de reacción una suspensión de 5-metoxi-2-amino-1,3,4-tiadiazol (40 g) en acetato de etilo (300 ml), y la mezcla resultante se agita durante un período de aproximadamente 16 horas, dando como resultado la formación de un precipitado. La mezcla de reacción se purga luego con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosgeno que no ha reaccionado. La mezcla purgada se filtra luego para recuperar el precipitado. El precipitado se recristaliza después para dar el producto deseado, 5-metoxi-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímico.

15

20

### Ejemplo 14

25

#### Preparación del dimetil-acetal de 2- $\bar{1}$ -etil-3-(5-metoxi-

-1,3,4-tiadiazol-2-il)-ureido/acetaldhido

Una mezcla de 5-metoxi-1,3,4-tiadiazol-2-il-  
isocianato dímero (0,05 moles), el dimetil-acetal de 2-  
5 -etilaminoacetaldhido (0,1 mol) y benceno (60 ml) se car-  
ga en un recipiente de reacción de vidrio equipado con un  
agitador mecánico y un condensador de reflujo. La mezcla  
de reacción se calienta a reflujo durante un período de  
aproximadamente 15 minutos. Pasado este tiempo, la mezcla  
10 se libera de benceno por destilación de arrastre a presión  
reducida para dar un producto sólido como residuo. El re-  
siduo se recristaliza después para dar el producto desea-  
do, dimetil-acetal de 2-1-etil-3-(5-metoxi-1,3,4-tiadia-  
zol-2-il)ureido/acetaldhido.

15

Ejemplo 15

Preparación de 1-(5-metoxi-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-etil-  
-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

20

El dimetil-acetal de 2-1-etil-3-(5-metoxi-  
-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldhido (15 g), agua  
(400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargan en un matraz  
de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico,  
25 termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de reacción

se calienta a reflujo durante un periodo de aproximadamente 15 minutos. La mezcla de reacción se filtra luego en caliente y el filtrado se enfría para formar un precipitado. El precipitado se recupera por filtración, se seca y se re-  
5 cristaliza para dar el producto deseado, 1-(5-metoxi-1,3,4-  
-tiadiazol-2-il)-3-etil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona.

#### Ejemplo 16

#### Preparación de 1-(5-metoxi-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-etil- -1,3-imidazolin-2-ona

10

Una solución de 1-(5-metoxi-1,3,4-tiadiazol-2-  
-il)-3-etil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (7 g) en clo-  
ruro de metileno (50 ml) se carga en un matraz de reacción  
de vidrio equipado con un agitador mecánico y un termóme-  
15 tro. La solución se enfría a una temperatura de aproxima-  
damente 10°C y se añade cloruro de tionilo (3 ml) con agi-  
tación. Una vez que se ha completado la adición, la mezcla  
de reacción se deja en reposo a la temperatura ambiente du-  
rante la noche. Pasado este tiempo, la mezcla de reacción  
20 se libera de cloruro de metileno por destilación de arras-  
tre a vacío, dejando un residuo sólido. El residuo se re-  
cristaliza después para dar el producto deseado, 1-(5-meto-  
xi-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-etil-1,3-imidazolin-2-ona.

25

#### Ejemplo 17

Preparación de 5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero

Una solución saturada de fosgeno en acetato de etilo (100 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico. Una suspensión de 5-metiltio-2-amino-1,3,4-tiadiazol (45 g) en acetato de etilo (300 ml) se añade al recipiente de reacción, y la mezcla resultante se agita durante un período de aproximadamente 16 horas, dando como resultado la formación de un precipitado. La mezcla de reacción se purga luego con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosgeno que no ha reaccionado. La mezcla purgada se filtra luego para recuperar el precipitado. El precipitado se recristaliza después para dar el producto deseado, 5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero.

Ejemplo 18

Preparación del dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -propil-3-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldhido

Una mezcla de 5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero (0,05 moles), el dimetil-acetal de 2-propilaminoacetaldhido (0,1 mol) y benceno (60 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un

agitador mecánico y condensador de reflujo. La mezcla de reacción se calienta a reflujo durante un período de aproximadamente 15 minutos. Después de este tiempo, la mezcla se libera de benceno por destilación de arrastre a presión reducida para dar un producto sólido como residuo. El residuo se cristaliza luego para dar el producto deseado, dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -propil-3-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldéhid.

10

#### Ejemplo 19

#### Preparación de 1-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

El dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -propil-3-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldéhid (15 g), agua (400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargan en un recipiente de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico, termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de reacción se calienta a reflujo durante un período de aproximadamente 15 minutos. La mezcla de reacción se filtra luego en caliente y el filtrado se enfría para formar un precipitado. El precipitado se recupera por filtración, se seca y se recrystaliza para dar el producto deseado, 1-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona.

Ejemplo 20

Preparación de 1-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-1,3-imidazolin-2-ona

5                   Una solución de 1-(5-metiltio-1,3,4-tiadia-  
zol-2-il)-3-propil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (8 g)  
en cloruro de metileno (50 ml) se carga en un recipiente  
de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y  
un termómetro. La solución se enfría a una temperatura de  
10                   aproximadamente 10°C y se añade cloruro de tionilo (3 ml),  
con agitación. Después que se ha completado la adición, la  
mezcla de reacción se deja en reposo a la temperatura am-  
biente durante la noche. Pasado este tiempo, la mezcla de  
reacción se libera de cloruro de metileno por destilación  
15                   de arrastre a vacío, dejando un residuo sólido. El resi-  
duo se recristaliza luego para dar el producto deseado,  
1-(5-metiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-1,3-imidazo-  
lin-2-ona.

20

Ejemplo 21

Preparación de 5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il-iso-  
cianato dímero

25                   Una solución saturada de fosgeno en acetato  
de etilo (100 ml) se carga en un matraz de reacción de vi-

5           drio equipado con un agitador mecánico. Una suspensión de  
5-metilsulfonil-2-amino-1,3,4-tiadiazol (50 g) en aceta-  
to de etilo (300 ml) se añade al matraz de reacción, y  
la mezcla resultante se agita durante un período de apro-  
ximadamente 16 horas, dando como resultado la formación  
de un precipitado. La mezcla de reacción se purga luego  
con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosgeno que no ha  
reaccionado. La mezcla purgada se filtra luego para recu-  
perar el precipitado. El precipitado se recristaliza lue-  
go para dar el producto deseado, 5-metilsulfonil-1,3,4-  
-tiadiazol-2-il-isocianato dímero.

#### Ejemplo 22

15           Preparación del dimetil-acetal de 2-(1-metil-3-(5-metil-  
sulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido)acetaldehído

20           Una mezcla de 5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-  
-2-il-isocianato dímero (0,05 moles), el dimetil-acetal de  
2-metilaminoacetaldehído (0,1 mol) y benceno (60 ml) se  
carga a un matraz de reacción de vidrio equipado con un  
agitador mecánico y un condensador de reflujo. La mezcla  
de reacción se calienta a reflujo durante un período de  
aproximadamente 15 minutos. Transcurrido este período de  
tiempo, la mezcla se libera de benceno a presión reduci-  
da, para dar un producto sólido como residuo. El residuo

se recristaliza luego para dar el producto deseado, dimetil-acetal de 2-1-metil-3-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldenido.

5

Ejemplo 23

Preparación de 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

El dimetil-acetal de 2-1-metil-3-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldenido (15 g),  
10 agua (400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargan en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico, termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de reacción se calienta a reflujo durante un período de aproximadamente 15 minutos. La mezcla de reacción se filtra  
15 luego en caliente, y el filtrado se enfría para formar un precipitado. El precipitado se recupera por filtración, se seca y se recristaliza para dar el producto deseado, 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona.  
20

Ejemplo 24

Preparación de 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona

25

Una solución de 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (7 g) en cloruro de metileno (50 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un termómetro. La solución se enfría a una temperatura de aproximadamente 10°C y se añade cloruro de tionilo (3 ml) con agitación. Después de completarse la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo a la temperatura ambiente durante la noche. Después de este período de tiempo, la mezcla de reacción se libera de cloruro de metileno por destilación de arrastre a vacío, dejando un residuo sólido. El residuo se recristaliza luego para dar el producto deseado, 1-(5-metilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona.

15

#### Ejemplo 25

#### Preparación de 5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero

Una solución saturada de fosgeno en acetato de etilo (100 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico. Una suspensión de 5-metilsulfinil-2-amino-1,3,4-tiadiazol (50 g) en acetato de etilo (300 ml) se añade al matraz de reacción y la mezcla resultante se agita durante un período de apro-

25

aproximadamente 16 horas, dando como resultado la formación de un precipitado. La mezcla de reacción se purga luego con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosgeno que no ha reaccionado. La mezcla purgada se filtra luego para recuperar el precipitado. El precipitado se recristaliza luego para dar el producto deseado, 5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero.

#### Ejemplo 26

10 Preparación del dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -metil-3-(5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldéhid

Una mezcla de 5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero (0,05 moles), el dimetil-acetal de 2-metilaminoacetaldéhid (0,1 mol) y benceno (60 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un condensador de reflujo. La mezcla de reacción se calienta a reflujo durante un período de aproximadamente 15 minutos. Transcurrido este tiempo, la mezcla se libera de benceno por destilación de arrastre a presión reducida para dar un producto sólido como residuo. El residuo se recristaliza luego para dar el producto deseado, dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -metil-3-(5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldéhid.

25

#### Ejemplo 27

Preparación de 1-(5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-  
-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

5 El dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -metil-3-(5-metil-  
sulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldhido (15 g),  
agua (400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargan en un  
matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador me-  
cánico, termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de  
10 reacción se calienta a reflujo durante un período de apro-  
ximadamente 15 minutos. La mezcla de reacción se filtra  
luego en caliente y el filtrado se enfría para formar un  
precipitado. El precipitado se recupera por filtración,  
se seca y se recristaliza para dar el producto deseado,  
15 1-(5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidro-  
xi-1,3-imidazolidin-2-ona.

Ejemplo '28

Preparación de 1-(5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-  
-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona

20 Una solución de 1-(5-metilsulfinil-1,3,4-tia-  
diazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona  
(7 g) en cloruro de metileno (50 ml) se carga en un ma-  
traz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecá-  
25 nico y un termómetro. La solución se enfría a una tempe-

ratura de aproximadamente 10°C y se añade cloruro de tío-  
nilo (3 ml) con agitación. Una vez que se ha completado  
la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo a la  
temperatura ambiente durante la noche. Transcurrido este  
5 tiempo, la mezcla de reacción se libera de cloruro de me-  
tileno por destilación de arrastre a vacío, dejando un re-  
siduo sólido. El residuo se recrystaliza luego para dar  
el producto deseado, 1-(5-metilsulfinil-1,3,4-tiadiazol-2-  
-il)-3-metil-1,3-imidazolín-2-ona.

10

#### Ejemplo 29

#### Preparación de 5-ciclobutil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocia- nato dímero

15

Una solución saturada de fosgeno en acetato  
de etilo (100 ml) se carga en un matraz de reacción de  
vidrio equipado con un agitador mecánico. Una suspensión  
de 5-ciclobutil-2-amino-1,3,4-tiadiazol (50 g) en aceta-  
to de etilo (300 ml) se añade al recipiente de reacción,  
20 y la mezcla resultante se agita durante un período de  
aproximadamente 15 horas, lo que da como resultado la  
formación de un precipitado. La mezcla de reacción se pur-  
ga luego con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosgeno  
que no ha reaccionado. La mezcla purgada se filtra luego  
25 para recuperar el precipitado. El precipitado se recrís-

taliza luego para dar el producto deseado, 5-ciclobutil-  
-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero.

Ejemplo 30

5 Preparación del dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -propil-3-(5-ciclo-  
butil-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldéhid

Una mezcla de 5-ciclobutil-1,3,4-tiadiazol-  
-2-il-isocianato dímero (0,05 moles), el dimetil-acetal  
de 2-propilaminoacetaldéhid (0,1 mol) y benceno (60 ml)  
10 se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con  
un agitador mecánico y un condensador de reflujo. La mezcla  
de reacción se calienta a reflujo durante un período de  
aproximadamente 15 minutos. Transcurrido este tiempo, la  
mezcla se libera de benceno por destilación de arrastre a  
15 presión reducida para dar un producto sólido como residuo.  
El residuo se recristaliza luego para dar el producto de-  
seado, dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -propil-3-(5-ciclobutil-1,3,4-  
-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldéhid.

20

Ejemplo 31

Preparación de 1-(5-ciclobutil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-  
-propil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

25 El dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -propil-3-(5-ciclobu-  
til-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldéhid (15 g), agua

(400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargan en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico, termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de reacción se calienta a reflujo durante un período de  
5 aproximadamente 15 minutos. La mezcla de reacción se filtra luego en caliente y el filtrado se enfría para formar un precipitado. El precipitado se recupera por filtración, se seca y se recristaliza para dar el producto deseado, 1-(5-ciclobutil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-  
10 -5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona.

#### Ejemplo 32

#### Preparación de 1-(5-ciclobutil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-1,3-imidazolin-2-ona

15 Una solución de 1-(5-ciclobutil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (7 g) en cloruro de metileno (50 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un  
20 termómetro. La solución se enfría a una temperatura de aproximadamente 10°C y se añade cloruro de tionilo (3 ml), con agitación. Después de completada la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo a la temperatura ambiente durante la noche. Transcurrido este tiempo, la mezcla de  
25 reacción se libera de cloruro de metileno por destilación

de arrastre a vacío, dejando un residuo sólido. El residuo se recrystaliza luego para dar el producto deseado, 1-(5-ciclobutil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-propil-1,3-imidazolín-2-ona.

5

#### Ejemplo 33

#### Preparación de 5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato dímero

10 Una solución saturada de fosgeno en acetato de etilo (100 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico. Una suspensión de 5-cicloheptil-2-amino-1,3,4-tiadiazol (50 g) en acetato de etilo (300 ml) se añade al matraz de reacción, y la mezcla resultante se agita durante un período de aproximadamente 16  
15 horas, dando como resultado la formación de un precipitado. La mezcla de reacción se purga luego con nitrógeno gaseoso para eliminar el fosgeno que no ha reaccionado. La mezcla purgada se filtra luego para recuperar el precipitado. El precipitado se recrystaliza luego para dar el producto deseado 5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-2-il-isocianato  
20 dímero.

#### Ejemplo 34

25 Preparación del dimetil-acetal de 2-1-metil-3-(5-ciclohep-

til-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldhido

5 Una mezcla de 5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-  
-2-il-isocianato dímero (0,05 moles), el dimetil-acetal  
de 2-metilaminoacetaldhido (0,1 mol) y benceno (60 ml)  
se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con  
un agitador mecánico y condensador de reflujo. La mezcla  
de reacción se calienta a reflujo durante un período de  
aproximadamente 15 minutos. Transcurrido este tiempo, la  
10 mezcla se libera de benceno por destilación de arrastre a  
presión reducida para dar un producto sólido como resi-  
duo. El residuo se recristaliza luego para dar el produc-  
to deseado, dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -metil-3-(5-cicloheptil)-  
-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldhido.

15

Ejemplo 35

Preparación de 1-(5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-  
-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona

20 El dimetil-acetal de 2- $\sqrt{1}$ -metil-3-(5-ciclohep-  
til-1,3,4-tiadiazol-2-il)ureido/acetaldhido (15 g), agua  
(400 ml) y ácido clorhídrico (4 ml) se cargan en un matraz  
de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico,  
termómetro y condensador de reflujo. La mezcla de reacción  
25 se calienta a reflujo durante un período de aproximadamente

15 minutos. La mezcla de reacción se filtra luego en caliente y el filtrado se enfría para formar un precipitado. El precipitado se recupera por filtración, se seca y se recrystaliza para dar el producto deseado, 1-(5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona.

#### Ejemplo 36

Preparación de 1-(5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona

Una solución de 1-(5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-5-hidroxi-1,3-imidazolidin-2-ona (7 g) en cloruro de metileno (50 ml) se carga en un matraz de reacción de vidrio equipado con un agitador mecánico y un termómetro. La solución se enfría a una temperatura de aproximadamente 10°C y se añade cloruro de tionilo (3 ml), con agitación. Después de completada la adición, la mezcla de reacción se deja en reposo a la temperatura ambiente durante la noche. Pasado este tiempo, la mezcla de reacción se libera de cloruro de metileno por destilación de arrastre a vacío, dejando un residuo sólido. El residuo se recrystaliza luego para dar el producto deseado, 1-(5-cicloheptil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona.

Compuestos ilustrativos adicionales comprendidos dentro del alcance de la presente invención que pueden prepararse por los procedimientos detallados en los ejemplos que anteceden, son 1-(5-etil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-butil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-hexil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-etoxi-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-propoxi-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-hexiloxi-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-etiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-butiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-hexiltio-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-alil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-but-3-enil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-hex-4-enil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-clorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5- $\beta$ -cloroetil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5- $\gamma$ -cloropropil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-triclorometil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-etilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-propilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-

-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-hexilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-etilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-butilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 5  
1-(5-hexilsulfonil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-ciclopropil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-ciclopentil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-ciclohexil-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 10  
1-(5-(1-metilciclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(3-etilciclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(4-butilciclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(4-hexilciclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 15  
1-(5-(2-metilciclopropil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(2-etilciclobutil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(3-metilciclopentil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(4-hexilcicloheptil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 20  
1-(5-(3-clorociclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(4-bromociclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1-(5-(4-fluorociclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 25  
1-(5-(2-metoxiciclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il)-3-

5 -metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1- $\sqrt{5}$ -(3-etoxiciclohexil)-1,3,4-  
-tiadiazol-2-il $\sqrt{7}$ -3-metil-1,3-imidazolin-2-ona, 1- $\sqrt{5}$ -(4-pro-  
poxiciclohexil)-1,3,4-tiadiazol-2-il $\sqrt{7}$ -3-metil-1,3-imida-  
zolin-2-ona, y 1- $\sqrt{5}$ -(4-hexiloxiciclohexil)-1,3,4-tiadia-  
zol-2-il $\sqrt{7}$ -3-metil-1,3-imidazolin-2-ona.

10 Para llevar a la práctica el método de esta  
invención, las plantas que tienen órganos de acumulación  
pueden tratarse a partir del momento en que se plantan y  
hasta una etapa tardía de desarrollo con una cantidad  
efectiva de un compuesto activo de esta invención. Típica-  
mente, el tratamiento puede llevarse a cabo en un período  
de tiempo comprendido entre el momento de la plantación  
hasta aproximadamente dos semanas antes de realizarse la  
recolección normal de las plantas.

15 La cantidad del compuesto activo de esta in-  
vención requerida para aumentar eficazmente la cantidad  
de alimento en los órganos de acumulación de las plantas  
puede variar ligeramente dependiendo de factores tales  
como la planta particular de que se trate, el tiempo de  
20 la aplicación, las condiciones atmosféricas, la densidad  
de la cosecha, etcétera. Generalmente, puede utilizarse  
una cantidad de al menos aproximadamente 0,056 kg por hec-  
tárea, y preferiblemente desde aproximadamente 0,112 a  
aproximadamente 4,484 kg por hectárea.

25 Para utilización práctica en el tratamiento de

plantas con órganos de acumulación, los compuestos de esta invención se incorporan generalmente en forma de composiciones o formulaciones que comprenden un vehículo inerte y una cantidad efectiva de uno de tales compuestos. Estas composiciones hacen posible que el compuesto activo se aplique convenientemente a las plantas en cualquier cantidad deseada. Estas composiciones pueden ser líquidos tales como soluciones, aerosoles o concentrados emulsificables, o bien pueden ser sólidos tales como polvos finos, gránulos o polvos humectables.

Las composiciones preferidas son formulaciones líquidas, particularmente concentrados emulsificables. Los concentrados emulsificables comprenden un compuesto activo de acuerdo con esta invención y, como vehículo inerte, un disolvente y un emulsificador. Tales concentrados emulsificables pueden diluirse con agua y/o aceite a cualquier concentración deseada del compuesto activo para su aplicación en forma de pulverizaciones a las plantas.

Formulaciones típicas de acuerdo con la presente invención se ilustran en los ejemplos que siguen, en los que las cantidades están expresadas en partes en peso.

25

Ejemplo 37

Preparación de un Concentrado Emulsificable

5 Se mezclan a fondo los siguientes ingredien-  
tes hasta que se obtiene un concentrado líquido homogé-  
neo. Este concentrado se mezcla con agua para dar una  
dispersión acuosa que tiene la concentración deseada de  
los ingredientes activos para uso como pulverización.

	Producto del Ejemplo 4	25
	Lauril-sulfato de sodio	2
10	Lignin-sulfato de sodio	3
	Queroseno	70

Ejemplo 38

Preparación de un Polvo Humectable

15

Se mezclan íntimamente los componentes si-  
guientes en equipo convencional de mezclado o batido, y se  
muelen luego para dar un polvo que tiene un tamaño de par-  
tícula menor que aproximadamente 50 micras. El polvo aca-  
bado se dispersa en agua para dar la concentración desea-  
da de compuesto activo.

	Producto del Ejemplo 8	50
	Tierra de batán	47
	Lauril-sulfato de sodio	2,5
25	Metil-celulosa	0,5

### Ejemplo 39

#### Preparación de un Polvo Fino

5 Se mezclan a fondo los ingredientes siguientes, y se muelen luego hasta alcanzar un tamaño medio de partícula menor que aproximadamente 50 micras para dar un polvo fino adecuado para aplicación con equipo convencional de espolvoreo.

	Producto del Ejemplo 4	10
10	Talco en polvo	90

Las plantas con órganos de acumulación que pueden tratarse de acuerdo con la presente invención incluyen especies tuberosas tales como patata, batata, ñame, mandioca, aguaturma, "Cyperus esculentus" y dalias; 15 especies que tienen raíces de acumulación tales como zanahoria, nabo, rábano, remolacha, con inclusión de la remolacha azucarera; especies productoras de bulbos tales como cebolla, tulipán y narciso atrompetado; especies que 20 tienen rizomas engrosados tales como el lirio; y especies que acumulan azúcar común o almidón en el tallo tales como la caña de azúcar, la salvia, y similares.

El tratamiento de estas diversas plantas de acuerdo con la invención hace aumentar el contenido de alimentos vegetales en los órganos de acumulación. Este 25 aumento es típicamente un aumento absoluto, pero puede ser

un aumento relativo referido al peso de la planta. Así, por ejemplo, el tratamiento de las patatas da como resultado un aumento en el tamaño y el peso total de patatas por cada planta de patata. El tratamiento de otras especies de plantas de la clase descrita produce aumentos similares en la cantidad de alimento contenida en los órganos de acumulación. Con frecuencia, este resultado se debe en parte a una modificación del desarrollo foliar.

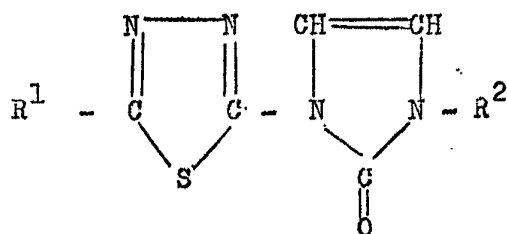
La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 19 de Diciembre de 1.974, Número 531.128 (parcial), se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-

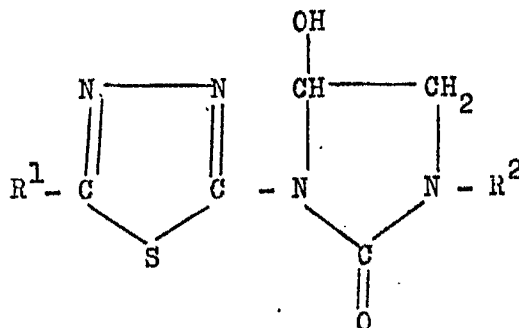
te de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento para la preparación de nuevas tiadiazolilimidazolininas de la fórmula



15 en la que R<sup>1</sup> se selecciona del grupo constituido por alcoholo, alqueno, cloroalcoholo, trifluorometilo, alcoxi, alcoholitio, alcoholisulfonilo, alcoholisulfinilo y cicloalcoholo de 3 a 7 átomos de carbono opcionalmente sustituido con 1 a 2 sustituyentes seleccionados del grupo constituido por alcoholo, alcoxi y halógeno; y R<sup>2</sup> es alcoholo; que comprende deshidratar un compuesto de la fórmula

20



en la que R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> son como se ha descrito anteriormente, disuelto en un medio de reacción orgánico inerte con una cantidad equimolar o en un ligero exceso molar de cloruro de tionilo a una temperatura comprendida entre aproximadamente 0°C y aproximadamente 20°C.

5

2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el que R<sup>1</sup> es trifluorometilo y R<sup>2</sup> es metilo.

3ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el que R<sup>1</sup> es t-butilo y R<sup>2</sup> es metilo

10

4ª.- Un procedimiento para la preparación de nuevas tiadiazolilimidazolininas.

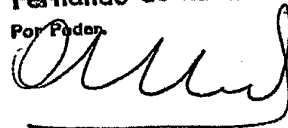
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

15

Esta Memoria consta de cuarenta y cuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 29. MAR 1977

P.A. Fernando de Elizaburu  
Por Poder



20

25

2-12-75

- 44 -

(I F-T)