



ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	35057	10	A1
		21				
		22	FECHA DE PRESENTACION	5 NOV 1976		

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 25 50 157.9	7 de noviembre de 1.975	Rep. Federal Alemana.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO7D;AOIN	
64 TITULO DE LA INVENCION		
Procedimiento para preparar derivados de imidazolidindiona.		
71 SOLICITANTE (S)		
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Gunther Beck, Dr. Helmut Heitzer, Dr. Klaus Lürssen.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
GOMEZ-ACEBO.		

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar nuevos derivados de imidazolidindiona, útiles para ejercer influencia sobre el crecimiento de plantas.

5 Ya se ha dado a conocer que el cloruro de (2-cloroetil)-trimetilamonio muestra propiedades reguladoras del crecimiento de plantas (compárese: Patente norte-americana No. 3:156.554). La eficacia de esa sustancia, sin embargo, -sobre todo, en bajas cantidades de aplicación - no siempre es enteramente satisfac-

10 toria.

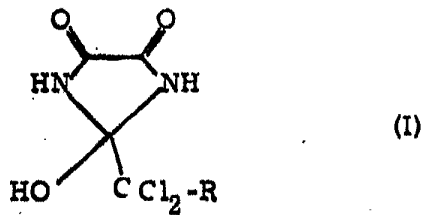
Además se ha dado a conocer que un producto que se encuentra en el comercio bajo la designación "Off-Shoot-T", a base de alcoholes grasos con 6,8,10 y 12 átomos de carbono, puede ser aplicado para la regulación del crecimiento de plantas, particular-

15 mente para la represión del crecimiento de renuevos laterales en plantas de tabaco (compárese: Form. Chem. Handbook 1975, Meister Publishing Co., Willoughby, Ohio, 1975, Pesticide Dictionary D 147).

En ciertos casos, sobre todo, en bajas cantidades de aplicación, también la eficacia de ese producto deja de

20 desear todavía.

Ahora se ha encontrado que los nuevos derivados de imidazolidindiona de la fórmula



en la cual

R representa cloro, alquilo con 1 ó 2 átomos de carbono o

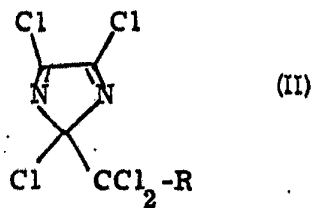
cloroalquilo con 1 ó 2 átomos de carbono y 1 a 5 átomos de cloro,

5 muestran fuertes propiedades reguladoras del crecimiento de plantas,

Además se ha encontrado que se obtienen

los derivados de imidazolidindiona de la fórmula (I), si derivados de

imidazol clorados de la fórmula



10 en la cual

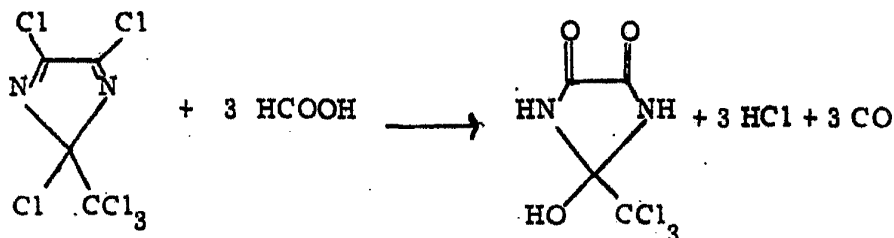
R tiene el significado arriba indicado,

se hacen reaccionar con reactivos hidrolizantes.

Sorprendentemente, los derivados de imidazolidindiona de la fórmula (I) según la invención muestran un efecto regulador del crecimiento de plantas considerablemente superior a
15 aquél del cloruro de (2-cloroetil)-trimetilamonio conocido del estado de la técnica y del producto "Off-shoot-T" también conocido, que son productos reconocidamente bien eficaces de igual orientación de acti-

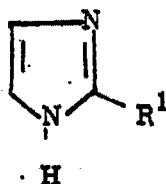
vidad. Por consiguiente, las sustancias según el invento representan un valioso enriquecimiento de la técnica.

Si, como sustancias de partida, se emplean 2,4,5-tricloro-2-triclorometil-2H-imidazol y ácido fórmico, el desarrollo de la reacción puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas:



Los derivados de imidazol clorados aplicables como sustancias de partida, están definidos generalmente por la fórmula (II). En la fórmula (II), R representa preferiblemente cloro, metilo, clorometilo, diclorometilo y triclorometilo.

Los derivados de imidazol clorados aplicables según la invención, hasta ahora son desconocidos. Pero se los pueden preparar de tal manera que 2-alkil-imidazoles de la fórmula



(II)

15

en la cual

R¹ representa alquilo con 1 a 3 átomos de carbono,

en un diluyente inerte a la temperatura ambiente, por reacción con ácido clorhídrico, se transforman en los correspondientes hidroclo-
cloruros y éstos entonces, sin aislamiento previo, se hacen reaccionar
con cloro elemental primeramente a la temperatura ambiente y en-
5 tonces bajo aumento paulatino de la temperatura a 50°C hasta 150°C.

Como diluyentes que pueden ser aplicados en la preparación de los compuestos de la fórmula (II), en principio, entran en consideración todos los disolventes inertes resistentes al cloro. A éstos pertenecen particularmente oxiclورو de fósforo,
10 cloroformo y 1,1,2,2-tetracloroetano.

En la producción de los compuestos de la fórmula (II), se procede en detalle de tal manera que en una solución o suspensión de un compuesto de la fórmula (III) en un diluyente, a la temperatura ambiente bajo refrigeración, se introduce ácido clorhídrico gaseoso y entonces primeramente a la temperatura ambiente se
15 hace reaccionar con cloro elemental. Para lograr una reacción más rápida y completa posible, la cantidad de cloro aplicada, durante todo el desarrollo de la cloración, siempre es ajustada en forma tal que un matiz verdoso del gas de escape indica un ligero exceso. La mezcla
20 de reacción que se encuentra al principio a la temperatura ambiente, es calentada paulatinamente hasta una temperatura de unos 50° a 150°C, en lo que convenientemente siempre se aumenta la temperatura recién cuando haya decrecido una fase exotérmica. La respectiva temperatura final es dependiente del diluyente aplicado. Si se aplica,
25 por ejemplo oxiclورو de fósforo o cloroformo, se trabaja en el límite inferior del margen de temperatura indicado.

Si, por otra parte, el 1,1,2,2-tetracloro-
etano sirve de diluyente, se trabaja en el límite superior del margen
de temperatura indicado. Naturalmente tambien pueden realizarse
cloraciones en oxícloruro de fósforo o cloroformo encima de la tem-
5 peratura de reflujo del respectivo diluyente, eliminándose el disolvente
por destilación bajo presión reducida y continuándose la cloración has-
ta la temperatura deseada, o eliminándose el diluyente por destilación
durante el aumento de temperatura en la corriente de cloro . Terminada
la cloración, procede el aislamiento de los productos de reacción de
10 tal manera que primeramente se elimina el diluyente y entonces ya sea
se destila bajo presión reducida el residuo que queda, y eventualmente
se lo recristaliza o sea se recristalizan los productos de reacción sin
destilación previa directamente en un disolvente apropiado.

Como ejemplos de las sustancias de la
15 fórmula (II) aplicables según el invento, en detalle sean mencionados
2,4,5-tricloro-2-triclorometil-2H-imidazol,
2,4,5-tricloro-2-(1,1-dicloroetil)-2H-imidazol,
2,4,5-tricloro-2-(1,1,-dicloropropil)-2H-imidazol,
2,4,5-tricloro-2-(1,1,2-tricloroetil)-2H-imidazol,
20 2,4,5-tricloro-2-(1,1,2,2-tetracloroetil)-2H-imidazol,
2,4,5-tricloro-2-(1,1,2,2,2-pentacloroetil)-2H-imidazol.

En la realización del procedimiento según
la invención para la producción de los nuevos derivados de imidazolidin-
dona de la fórmula (I), como reactivos hidrolizantes entran en consi-
25 deración ácidos fuertes inorgánicos u orgánicos. Como preferidos sean

mencionados: ácido sulfúrico concentrado, ácido fosfórico concentrado y ácido fórmico.

El procedimiento según la invención para la producción de los nuevos derivados de imidazolidindiona de la fórmula (I), por lo general, es realizado bajo exclusión de disolventes o diluyentes adicionales. Sin embargo, en principio es posible llevar a cabo la reacción según el invento en presencia de un diluyente inerte, tal como p. ej. tetrahidrofurano o dioxano.

Las temperaturas de reacción pueden ser variadas dentro de un margen amplio. Por lo general, se trabaja entre -20 y + 120°C, preferiblemente entre 0° y 50°C.

El procedimiento según la invención es realizado generalmente a la presión normal.

En la realización del procedimiento según la invención por 1 mol del Compuesto de partida de la fórmula (II), convenientemente se aplican por lo menos 3 moles del agente hidrolizante. Convenientemente, el agente hidrolizante sirve al mismo tiempo como medio de reacción. Por ésto, se aplican hasta 10 partes en peso de agente hidrolizante por cada parte en peso del compuesto de partida de la fórmula (II),

En la producción de los nuevos derivados de imidazolidindiona por el procedimiento según la invención, una vez terminada la reacción, los productos de reacción se presentan directamente en forma cristalina o sea se los pueden precipitar en estado cristalino por la adición de agua en que son practicamente in-

solubles. Se aíslan los productos cristalinos por simplemente recogerse los mismos por succión. Una purificación adicional, por lo general, no es necesaria; pero en caso necesario puede ser efectuada según procedimientos usuales, por ejemplo, por recristalización en disolventes orgánicos, tales como acetonitrilo.

Como ejemplos de los derivados de imidazolidindiona de la fórmula (I), en detalle sean mencionadas:

- 2-hidroxi-2-triclorometil-imidazolidin-4,5-diona,
- 2-hidroxi-2-(1,1-dicloroetil)-imidazolidin-4,5-diona,
- 10 2-hidroxi-2-(1,1-dicloropropil)-imidazolidin-4,5-diona,
- 2-hidroxi-2-(1,1,2-tricloroetil)-imidazolidin-4,5-diona,
- 2-hidroxi-2-(1,1,2,2-tetracloroetil)-imidazolidin-4,5-diona,
- 2-hidroxi-2-(1,1,2,2,2-pentacloroetil)-imidazolidin-4,5-diona,

Las sustancias activas según la invención intervienen en el metabolismo de las plantas y, por ésto, pueden ser aplicadas como agentes reguladores del crecimiento.

Para el modo de actuar de agentes reguladores del crecimiento de plantas, según la experiencia hecha hasta ahora, vale el hecho de que una sustancia activa puede ejercer sobre plantas uno o varios efectos diferentes. Los efectos de las sustancias dependen esencialmente del tiempo de aplicación en relación al estado de desarrollo de la semilla o de la planta, así como de las cantidades de sustancia activa aplicadas a las plantas o sus alrededores y del tipo de la aplicación. En cada caso, los agentes reguladores del crecimiento han de tener una influencia positiva en el sentido deseado sobre las plantas cultivadas.

Las sustancias reguladoras del crecimiento de plantas pueden ser aplicadas, por ejemplo para la represión del crecimiento vegetativo de las plantas. Tal represión del crecimiento es de interés económico, entre otros, en el caso de gramíneas, pues por una moderación del crecimiento de las mismas puede reducirse, por ejemplo la frecuencia del corte de céspedes de jardines de adorno, en parques y campos de deporte o en los bordes de caminos. De importancia es también la represión del crecimiento de plantas herbáceas y leñosas en bordes de caminos y cerca de postes de líneas aéreas de corriente eléctrica o bien generalmente en lugares en que una fuerte vegetación no es deseada.

De importancia es también la aplicación de agentes reguladores del crecimiento para la represión del crecimiento en longitud de cereales, pues por un acortamiento de los tallos se reduce o se elimina totalmente el peligro del doblamiento (de la "echada por el suelo") de las plantas antes de la cosecha. Además, los reguladores del crecimiento pueden producir, en el caso de cereales, un refuerzo de los tallos que también contrarresta a la echada por el suelo.

Una represión del crecimiento vegetativo permite, en el caso de muchas plantas cultivadas, una siembra o plantación más densa del cultivo, con el resultado de que puede conseguirse un mayor rendimiento en relación al área de suelo.

Un mecanismo ulterior del aumento

sea mencionada la estimulación del flujo de latex en gomeros.

5 Durante el crecimiento de la planta, por aplicación de reguladores del crecimiento, puede ser aumentada también la ramificación lateral mediante una quebradura química de la dominación apical. En esto existe interés, por ejemplo, en la reproducción por estacas de las plantas. Sin embargo, también es posible inhibir el crecimiento de los renuevos laterales, por ejemplo en el caso de plantas de tabaco para impedir, después de la decapitación, la formación de renuevos laterales y con esto activar
10 el crecimiento de las hojas.

Bajo la influencia de agentes reguladores del crecimiento, el follaje de plantas puede ser controlado de tal modo que una deshojadura de las plantas sea lograda en un tiempo deseado. Tal deshojadura es de interés, al objeto de facilitar una cosecha mecánica, por ejemplo, en el caso de uvas o de algodón, o
15 de reducir la transpiración en un tiempo en que la planta ha de ser trasplantada.

Mediante la aplicación de agentes reguladores del crecimiento puede impedirse la caída prematura de las
20 frutas. Sin embargo, también es posible - por ejemplo en el caso de frutas - estimular la caída en el sentido de una eliminación química proporcional hasta un grado determinado. Los agentes reguladores del crecimiento pueden servir también para reducir la fuerza necesaria para el desprendimiento de las frutas en plantas cultivadas, en el tiempo de la cosecha, con el resultado de hacer posible una
25 cosecha mecánica, respectivamente facilitar una cosecha manual.

Con agentes reguladores del crecimiento, además puede lograrse una aceleración o también un retardo de la madurez de los productos de cosecha antes o después de la cosecha. Esto es de particular ventaja, porque así puede lograrse una adaptación óptima a las necesidades del mercado. Además, en ciertos casos, los reguladores del crecimiento pueden mejorar la coloración de las frutas. Además, mediante agentes reguladores del crecimiento puede conseguirse también una concentración temporal de la madurez. Con esto se crean las condiciones previas para que, por ejemplo en el caso de tabaco, de tomates y de café, una cosecha completa mecánica o manual pueda ser realizada en una sola etapa de trabajo.

Por la aplicación de agentes reguladores del crecimiento, puede tenerse influencia también sobre el reposo de las semillas o brotes de las plantas, vale decir, el ritmo anual endógeno, con el resultado de que las plantas, tales como por ejemplo ananás o plantas de adorno en establecimientos de horticultura, germinan, brotan o florecen en un tiempo en que normalmente no muestran ninguna disposición para esto.

Con agentes reguladores del crecimiento puede conseguirse también que la brotación de botones o pimpollos o la germinación de semillas sea retardada; por ejemplo para que en regiones sujetas al peligro de heladas sean evitados daños causados por heladas tardías.

Los reguladores del crecimiento pueden

generar también una halofilia en plantas cultivadas. Con esto se crean las condiciones previas para que pueda ser realizado un cultivo de plantas en suelos salíferos. Mediante los agentes reguladores del crecimiento puede inducirse en plantas también una resistencia a heladas y sequías.

Las sustancias activas según la invención pueden ser llevadas a las siguientes formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas se preparan en forma en sí conocida por ejemplo por mezclado de las sustancias activas con diluyentes, vale decir, disolventes líquidos, gases licuados que se encuentran bajo presión y/o sustancias portadoras sólidas, eventualmente bajo utilización de agentes tensioactivos, vale decir emulsionantes y/o dispersantes y/o agentes espumantes. En caso de utilización de agua como diluyente, pueden utilizarse, como disolventes auxiliares por ejemplo también solventes orgánicos. Como disolventes líquidos entran básicamente en consideración: hidrocarburos aromáticos tales como xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos, hidrocarburos aromáticos clorados o hidrocarburos alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno, hidrocarburos alifáticos tales como ciclohexano, parafinas por ejemplo fracciones de petróleo, alcoholes tales como butanol o glicol, así como sus éteres y ésteres, cetonas tales como acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona o ciclohexanona, solventes polares fuertes tales como dimetilformamida y dimetilsulfóxido, así como agua, bajo agentes diluyen-

tes o portadores gaseosos licuados, se entienden aquellos líquidos que son gaseosos a temperatura normal y bajo presión normal, por ejemplo gases propulsores de aerosol, tales como hidrocarburos halogenados por ejemplo, freon; como portadores sólidos entran en consideración minerales naturales molidos tales como caolines, arcillas, talco, creta, cuarzo, attapulguita, montmorillonita o tierra de diatomeas, y minerales sintéticos molidos, tales como ácido silícico altamente disperso, óxido de aluminio y silicatos, como agentes emulsionantes y/o espumantes entran en consideración: emulsionantes no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres polioxi-
10 etilénicos de ácidos grasos, éteres polioxietilénicos de alcoholes grasos, por ejemplo éter alquilarilpoliglicólico, alquilsulfonatos, alquilsulfatos y arilsulfonatos; como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.

15 Regulación del crecimiento de plantas.

Las sustancias activas según el invento pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias activas conocidas, tales como fungicidas, insecticidas, acaricidas y herbicidas, así como en mezcla con fertilizantes.
20

Por lo general, las formulaciones contienen entre 0,1 y 95 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,5 y 90 % en peso. Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, en forma de sus formulaciones o de las formas de aplicación preparadas de las últimas, tales como soluciones
25

listas para el uso , concentra dos emulsionables, emulsiones, espumas, suspensiones, polvos arrojables, pastas, polvos solubles, preparados de espolvoreo y granulados.

La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo por riego, rociada, pulverización, esparcimiento, espolvoreo, espumación, gasificación etc. Además es posible aplicar las sustancias activas según el procedimiento de volumen ultra-bajo, aplicar la preparación de sustancia activa o la sustancia activa propiamente dicha por pinceladas a las plantas o partes de planta o inyectar la preparación de sustancia activa o la sustancia activa propiamente dicha en el suelo. Pueden ser tratadas también las semillas de las plantas.

La cantidad aplicada de la sustancia activa puede variar dentro de márgenes amplios. Por lo general, se emplean por hectárea de suelo 0,01 a 50 kg, preferiblemente 0,05 a 10 kg de sustancia activa.

En cuanto al tiempo de aplicación, vale la regla de efectuarse la aplicación de los reguladores del crecimiento dentro de un tiempo preferido cuyos límites exactos dependen de las condiciones climáticas y vegetativas.

En los siguientes ejemplos se describe la actividad de las sustancias según el invento como agentes reguladores del crecimiento, sin excluir la posibilidad de aplicaciones ulteriores como reguladores del crecimiento.

Ejemplo A

Inhibición del crecimiento / trigo

Disolvente: 10 partes en peso de metanol

Emulsionante: 2 partes en peso de monolaurato de polietileno-sorbitán.

5

Para la producción de una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa, con las cantidades indicadas del disolvente y del emulsivo y se diluye con agua hasta la concentración deseada.

10

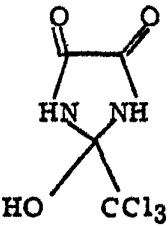
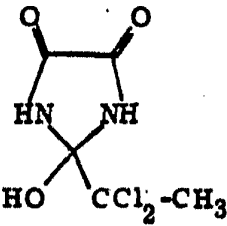
Unas plantas jóvenes de trigo en el estado de desarrollo de 2 hojas son rociadas con la preparación de la sustancia activa hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Después de que las plantas testigos no tratadas alcanzaron una altura de crecimiento de unos 60 cm, se mide en todas las plantas el crecimiento adicional y se calcula la inhibición de crecimiento en % del crecimiento adicional de las plantas testigos. Significan 100 % la paralización del crecimiento y 0 % un crecimiento correspondiente a aquél de las plantas testigos.

15

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados constan en la siguiente tabla:

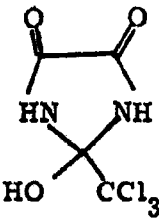
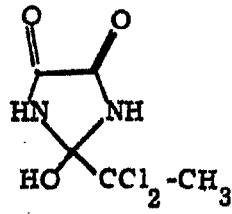
T A B L A A

Inhibición de crecimiento/trigo

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	inhibición de crecimiento en %
- testigo	-	0
$\text{Cl}-\text{CH}_2-\overset{\ominus}{\text{C}}\text{H}_2-\overset{\ominus}{\text{N}}(\text{CH}_3)_3\text{Cl}$ (conocido)	0,05	50
 (1)	0,05	55
 (2)	0,05	80

T A B L A B. -

Inhibición del crecimiento / Cebada

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	inhibición del crecimiento en %
-	-	0
(testigo)		
$\text{Cl}-\text{CH}_2-\overset{\oplus}{\text{C}}\text{H}_2-\overset{\oplus}{\text{N}}(\text{CH}_3)_3 \text{Cl}^-$ (conocido)	0,05	20
 (1)	0,05	50
 (2)	0,05	55

Ejemplo C

Inhibición del crecimiento / porotos de soya

Disolvente: 10 partes en peso de metanol

Emulsionante: 2 partes en peso de monolaurato de polietileno-sorbitán

Para la producción de una preparación

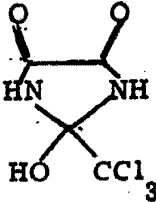
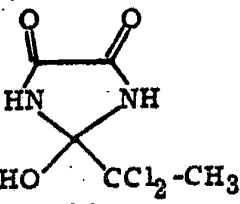
adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la substancia activa con las cantidades indicadas del disolvente y del emulsionante y se diluye con agua hasta la concentración deseada.

5 Unas plantas jóvenes de habas, en el estado de desarrollo en que las hojas secundarias están desarrolladas enteramente, son rociadas con las preparaciones de substancia activa hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Al cabo de tres semanas, se mide el crecimiento adicional y se calcula la inhibición de crecimiento en % del crecimiento adicional de las plantas testigos. Significan 100 % la paralización del crecimiento y 0 % un crecimiento correspondiente a aquél de las plantas testigos.

Las substancias activas, sus concentraciones y los resultados constan en la siguiente tabla C:

TA B L A C.

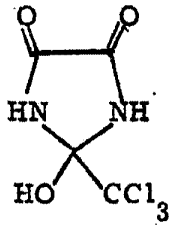
15 Inhibición de crecimiento/por porotos de soya.

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	Inhibición de crecimiento en %
(testigo)	-	0
 (1)	0,05	50
 (2)	0,05	50

T A B L A D

Inhibición del crecimiento de renuevos laterales en tabaco.

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	inhibición del crecimiento de renuevos laterales en %
(testigo)	-	0
"Off-Shoot-T" ^{+))} (conocido)	0,2	20



(1)

+))

Off-Shoot-T = regulador del crecimiento comercial a base de alcoholes grasos con 6, 8, 10 y 12 átomos de carbono. -

Ejemplo E

Influencia sobre el crecimiento en arbolitos de montes

(*Acer pseudoplatanus*, *Alnus glutinosa*)

Disolvente: 10 partes en peso de metanol

5 Emulsionante: 2 partes en peso de monolaurato de polietileno-sorbitán

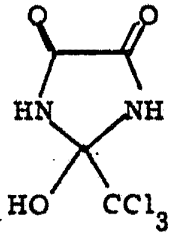
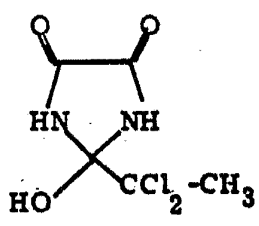
Para la producción de una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con las cantidades indicadas del disolvente y del emulsivo y se diluye con agua hasta la concentración deseada.

10 Unas plantitas de un año de edad, nacidas de semillas, de una altura de crecimiento de unos 25 cm, son rociadas con la preparación de sustancia activa hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Al cabo de 6 semanas de crecimiento en el invernáculo, se mide el crecimiento adicional y se
15 calcula la influencia sobre el crecimiento en % del crecimiento adicional de las plantas testigos, significando 0 % un crecimiento correspondiente a aquél de las plantas testigos. Los valores positivos caracterizan una activación del crecimiento en comparación con las plantas testigos, mientras que los valores negativos corresponden
20 a una inhibición del crecimiento.

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados constan en la siguiente tabla E:

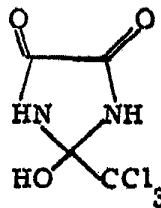
T A B L A E.

Influencia sobre el crecimiento en arbolitos de montes.

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	influencia sobre el crecimiento en %	
		Acer pseudo-platanus	Alnus glutinosa
(testigo)	-	0	0
 (1)	0,1	- 2	- 34
	0,2	- 45	- 51
 (2)	0,1	+ 11	+ 47
	0,2	+ 4	+ 30

Ejemplos de Preparación

Ejemplo 1.



5 A 900 g de ácido fórmico se agregan, a una temperatura de 10 a 20°C bajo agitación y bajo referi geración en el transcurso de media hora, 350 g (1,21 moles) de 2,4,5-tricloro-2-triclorometil-2H-imidazol. Subsiguientemente, el precipitado cristalino es recogido por succión y secado. De esta manera se obtienen 245 g (86,5% de la teoría) de 2-hidroxi-2-triclorometil-imidazolidin-4,5-diona del punto de fusión de 245°C (en acetonitrilo).

10

Análisis: (C₄H₃Cl₃N₂O₃)

calculado: 20,6 % C ; 1,3 % H; 45,6 % Cl; 12,0 % N; 20,5 O;

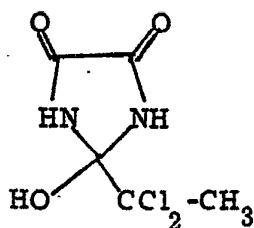
encontrado: 20,7 % C; 1,3 % H; 45,9 % Cl; 12,0 % N; 20,7 % O;

15

Un rendimiento similarmente bueno en 2-hidroxi-2-tricloro-metil-imidazolidin-4,5-diona es obtenido por hidrólisis de 2,4,5-tricloro-2-triclorometil-2H-imidazol con ácido sulfúrico concentrado a 20°C. Aquí la elaboración procede de tal manera que se vierte la mezcla de reacción sobre agua helada, se recoge por succión el precipitado cristalino que se forma, se lo lava con agua y se lo seca.

20

Ejemplo 2.

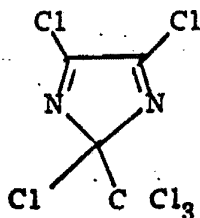


En 300 g de ácido fórmico, a una temperatura de 20 a 30 °C bajo agitación, se introducen en porciones 50 g (0,186 moles) de 2,4,5-tricloro-2-(1,1-dicloroetil)-2H-imidazol. La cantidad de los cristales precipitados es aumentada por la eliminación, bajo presión reducida, del ácido clorofórmico en exceso. El residuo que queda, es recrystalizado en acetonitrilo. De esta manera se obtienen 39 g (98,5 % de la teoría) de 2-hidroxi-2-(1,1-dicloroetil)imidazolidin-4,5-diona del punto de fusión de 220°C.

La composición elemental $C_5H_6Cl_2N_2O_3$ es confirmada por el espectro de masa.

Preparación de las sustancias de partida.

Ejemplo 1a



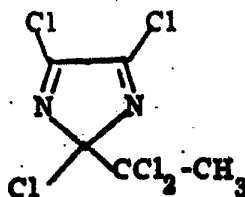
Sobre una suspensión agitada de 750 g (9,15 moles) de 2-metil-imidazol en 3000 ml de oxícloruro de fósforo, bajo refrigeración inicial con hielo, se hace pasar una fuerte co-

riente de ácido clorhídrico gaseoso hasta que haya decrecido la
reacción exotérmica de la formación de hidrocioruro y que por la
suspensión sea recogido tan solo poco ácido clorhídrico ulterior
(tiempo requerido aproximadamente una hora). Subsiguientemente,
5 comenzándose a la temperatura ambiente, se introduce cloro gaseoso,
al principio bajo ligera refrigeración, luego bajo aumento lento de
la temperatura. Al cabo de 17 horas de cloración, se presenta a
53°C una solución clara de color amarillo claro. Durante otras 6 ho-
ras se calienta en la corriente de cloro hasta alcanzar la tempera-
10 tura de reflujo (aproximadamente 105°C). A esta temperatura se si-
gue clorando todavía durante 2 horas. Subsiguientemente se elabora
eliminándose por destilación el oxicloriguro de fósforo y sometiéndose
el residuo restante a una destilación fraccionada bajo presión reducida.
De esta manera se obtienen 2479 g (93 % de la teoría) de 2,4,5-tri-
15 cloro-2-triclorometil-2H-imidazol de una pureza al 99,0 %
(determinada por cromatografía de gas).-

Punto de ebullición : 96-105°C / 0,3 mm Hg.

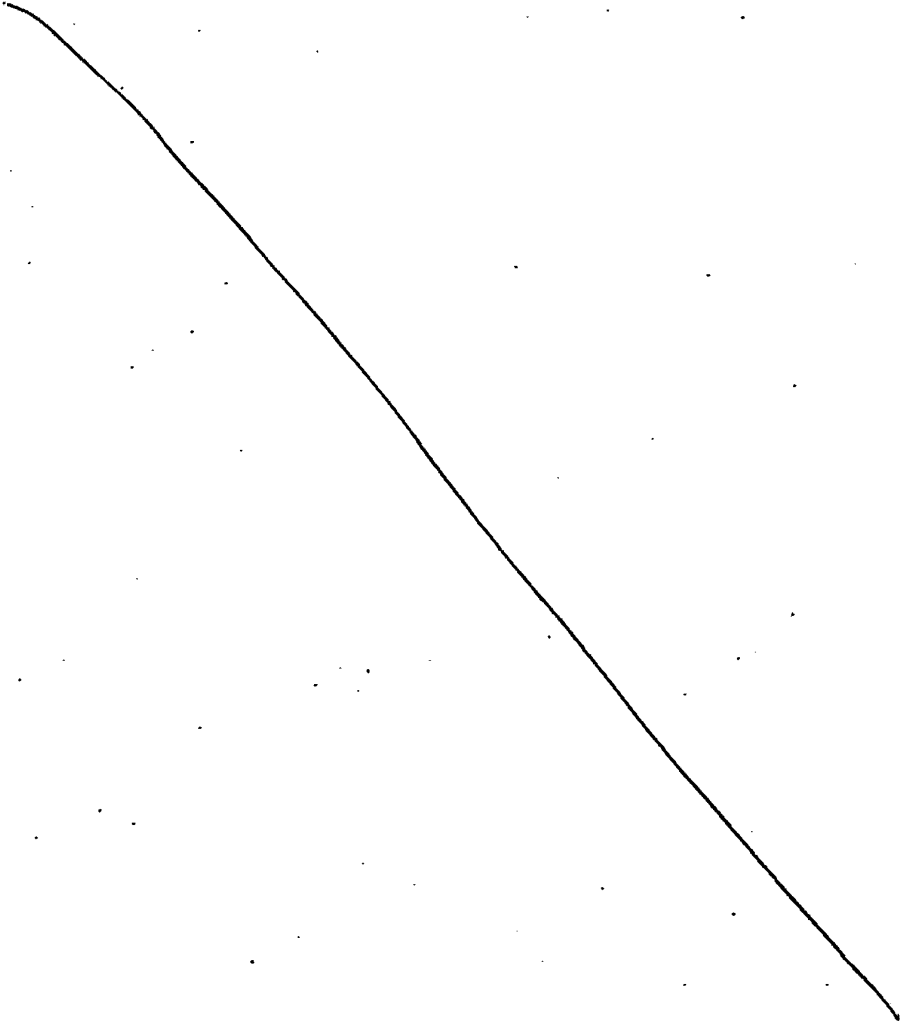
Punto de fusión: 66-68°C despues de la recristalización en éter de pe-
tróleo.

20 Ejemplo 2a



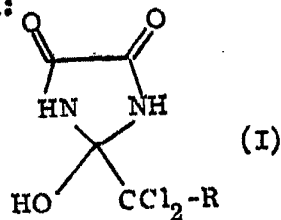
Según el método descripto en el Ejemplo 1a,

por reacción de 2-etil-imidazol con ácido clorhídrico gaseoso en oxiclo-
ruro de fósforo y por subsiguiente cloración del hidrocloreuro con cloro
elemental, se obtiene el 2,4,5-tricloro-2-(1,1-dicloroetil)-2H-imida-
zol con un rendimiento de aproximadamente un 90 % de la teoría. -

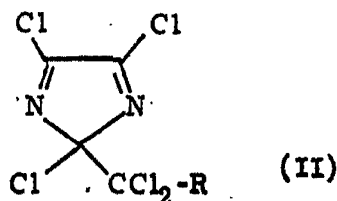
- 5 Descrita suficientemente la naturaleza del in-
vento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe
hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas
son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no al-
teren su principio fundamental.
- 

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para preparar derivados de imidazolindiona, de fórmula:



5 en la cual R representa cloro, alquilo con 1 ó 2 átomos de carbono o cloroalquilo con 1 ó 2 átomos de carbono y 1 a 5 átomos de cloro; caracterizado porque derivados de imidazol clorados de fórmula



10 en la cual R tiene el significado arriba indicado, se hace reaccionar con reactivos hidrolizantes, opcionalmente en presencia de un diluyente inerte, a temperaturas entre -20 y +120°C, con preferencia 0 y 50°C.

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

Esta Memoria consta de 28 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 5 NOV. 1976

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

GOMEZ ACEBO Y MUDEI

p. r. Firmados L. Gasta Ferrández

20