

MALA REPRODUCCION
POR DEPECTO DEL ORIGINAL

P.- 16.834.-

C/W.

208290



208290

20 MAR. 1953

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A

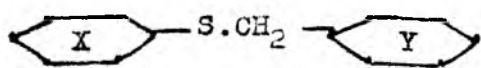
por VEINTE años

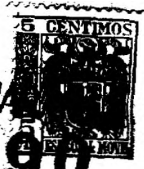
a nombre de BOOTS PURE DRUG COMPANY LIMITED, entidad británica, establecida en Station Street, Nottingham, Inglaterra, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE SULFUROS DE BENCIL FENILO".

La invención se refiere a nuevos sulfuros de bencilfenilo que hemos encontrado poseen valiosas propiedades.

La invención consiste en los compuestos de la fórmula general:

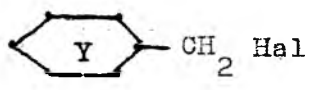




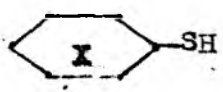
20 MAR 1950
2 8290

en la que el radical fenilo X no se halla sustituido o lleva uno o más átomos de cloro como sustituyentes y el radical fenilo Y lleva uno o más átomos de cloro como sustituyente, así como en composiciones de los mismos. Hemos hallado que polvo, dispersiones y emulsiones de los compuestos de la precedente fórmula general, poseen propiedades que los hacen valiosos para el control de los huevos y fases activas de los gorgojos (ácaros) en particular, los parásitos vegetales Tetranychidae o gorgojos llamados arañas rojas, por ejemplo: Tetranychus telarius L. y Metatetranychus ulmi Koch. Nuestra invención consiste, por consiguiente, en los compuestos de la fórmula general, arriba citada, y en polvo, dispersiones, y emulsiones de tales compuestos que pueden utilizarse para finalidades de horticultura.

Los compuestos del presente invento se obtienen por reacción del haluro bencílico sustituido de la fórmula general:



en la que Hal significa halógeno, y el correspondiente tiol de la fórmula general,



en presencia de etóxido sódico, siendo los núcleos bencénicos tal como se les ha definido antes.

Las dispersiones que tienen una fase sólida dispersa, de acuerdo con el invento, pueden incluir el ingrediente activo en combinación con un agente dispersante y/o un agente suspendedor en medio acuoso. Para mayor conveniencia, la preparación puede consistir en el ingrediente



20
208290

activo, mezclado con un agente dispersante y/o un agente suspendedor tal que se forme una dispersión cuando la mezcla se adicione a agua. Para facilitar la formación de una dispersión de esta manera, la preparación a diluir puede también contener un disolvente orgánico miscible con agua, por ejemplo: acetona. Las dispersiones, conforme a este invento, incluyen también suspensiones en las que la fase sólida dispersa está mezclada con una emulsión de aceite en agua, siendo el ingrediente activo insoluble en el aceite de la misma, aceite que preferiblemente es un aceite no volátil, por ejemplo: parafina líquida.

Las emulsiones, conforme el invento, pueden comprender el ingrediente activo en combinación con un agente emulsionante y un disolvente orgánico, por ejemplo: xileno, o un disolvente aromático, que hierva dentro del orden de los 80 a 300°C. Puede resultar ventajoso el adicionar un aceite vegetal o mineral no volátil, tal como parafina líquida, para actuar como activador y/o fijador. La composición de la emulsión, conforme a este invento, puede contener también un agente humectante. Para mayor conveniencia, la composición puede consistir en el ingrediente activo mezclado con o en solución en un disolvente orgánico, tal como se ha descrito anteriormente, juntamente con un agente emulsionante y, si se desea, un agente humectante, tal que se forme una emulsión al mezclar dicho compuesto con agua. Tales compuestos forman también parte del presente invento. Las dispersiones y emulsiones acuosas aquí



208290

5 descritas pueden ser diluidas con agua, antes de ser aplicadas, para obtener una concentración final de ingrediente activo dentro del orden de 0.001-10.0% P/V. Debe sobreentenderse, sin embargo, que el invento no se limita a composiciones que contengan esta concentración de ingrediente activo; la concentración en las soluciones empleadas depende de las exigencias de la máquina pulverizadora particular que se tenga que utilizar.

10 Dispersiones del ingrediente activo cuya base es un diluyente sólido pulverulento forman también parte del presente invento. Tales dispersiones pueden contener hasta 50% P/V del ingrediente activo.

15 Hemos encontrado que es posible el empleo de compuestos de la precedente fórmula general en forma de humos, vaporizaciones y aerosoles. Este método de aplicación es muy conveniente cuando las plantas, que han de ser tratadas para reprimir en ellas el gorgojo, se hallan colocadas en una área cerrada, por ejemplo: en un invernadero.

20 De acuerdo con ello, nuestro invento comprende también composiciones para la preparación de humos, vapores y aerosoles antiacáricos, conteniendo, como ingrediente activo, compuestos de la fórmula general precitada.

25 Son bien conocidos profesionalmente métodos de producción de humos, vapores y aerosoles pesticidas. Se conocen numerosos compuestos capaces de general humos, después de ser inflamados mediante un iniciador conveniente. En la preparación de compuestos para la producción de humos antia-

20



208290

cátricos- conteniendo compuestos de la fórmula precedente, como ingredientes activos- resulta necesario seleccionar aquellos compuestos cuya inflamación no genera calor suficiente para que provoque la descomposición de más de una pequeña proporción del ingrediente activo.

En la preparación de vapores y aerosoles, conteniendo como ingrediente activo, compuestos de la fórmula general antes citada, el ingrediente activo puede ser disuelto en una mezcla de un aceite no volátil, tal como un aceite vegetal y un disolvente suplementario miscible, tal como ciclohexanona o acetona. La solución así obtenida puede dispersarse por medios mecánicos o por incorporación en la solución de un impulsor volátil tal como Freon (una mezcla de cloro-fluor-derivados del metano y etano).

Los siguientes ejemplos no limitativos ilustran el invento.

EJEMPLO 1.

En la preparación de p-clorobencil-p-clorofenilsulfuro, una mezcla de 7.6 gr. de p-clorofeniltiol, 8.4 gr. de p-clorobencilcloruro y 4.5 gr. de etóxido sódico en 150 c.c. de alcohol absoluto, es calentada bajo reflujo, durante 2 horas, antes de verter el producto en 250 c.c. de agua. El sólido que se separa es aislado por filtración y recristaliza desde el alcohol. Así se obtiene sulfuro de p-clorobencilo-p-clorofenilo en forma de un sólido cristalino incoloro que tiene el punto de fusión de 72°C.

(Encontrado C: 57.75; H: 3.7; $C_{13}H_{10}Cl_2S$ exige

20 M



208290

C: 58.0; H: 3.7).

EJEMPLO 2°.

En la preparación de sulfuro de p-clorobencil-
fenilo, una mezcla de 11 c.c. de feniltiol, 16.2 gr. de clo-
5 ruro de p-clorobencilo y 8 gr. de etóxido sódico en 200 c.c.
de alcohol es calentada, bajo reflujo, durante 3 horas, an-
tes de ser vertida en 250 c.c. de agua. El sólido que se
separa es aislado por filtración y recristaliza desde al-
cohol. Así se obtiene sulfuro de p-clorobencil-fenilo en
10 forma de un sólido cristalino que posee el punto de fusión
de 78°C.

Encontrado C=66.3; H=5.05; $C_{13}H_{11}ClS$ exige C=66.5; H=4.7).EJEMPLO 3.

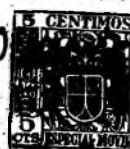
Un compuesto preparado a partir de los siguien-
15 tes ingredientes, es diluido con suficiente cantidad de agua
para formar una emulsión acuosa que contiene 0.1% P/V de
sulfuro de p-clorobencil-p-clorofenilo.

Sulfuro de p-clorobencil-p-clorofenilo	=	10 gr.
Xileno	=	68 c.c.
20 Empilan TX	=	17 c.c.
Ethylan	=	5 c.c.

EJEMPLO 4.

En la preparación de sulfuro de o-clorobencil-
o-clorofenilo, una mezcla de 7.6 gr. de p-clorofeniltiol y
25 8.4 gr. de o-clorobencilcloruro en 150 c.c. de alcohol etí-
lico, conteniendo 1.5 gr. de sodio, es calentada, bajo re-
flujo, durante 2 horas. La mezcla es enfriada y diluida con
agua. El aceite que se separa es extractado en 200 c.c. de

20



208290

eter y se seca el extracto estereo sobre sulfato sódico anhí-
 dro. El eter es evaporado por destilación y el residuo es
 destilado, bajo presión reducida, recogién dose la fracción
 de un punto de ebullición de 170°C a 2 mm. El destilado se
 5 solidifica al reposar y es recristalizado desde alcohol.
 Así es obtenido el sulfuro de o-clorobencil-p-clorofenilo
 en forma de un sólido blanco que tiene un punto de fusión
 de 32°C.

(Encontrado C=58.3; H=3.9; $C_{13}H_{10}Cl_2S$ exige C=58.0; H=3.7).

10 [Similarmente, usando cloruro de m-clorobencilo en lugar de
 cloruro de o-clorobencilo se obtiene sulfuro de m-cloroben-
 cil-p-clorofenilo, en forma de un aceite amarillo que tie-
 ne un punto de ebullición de 172-175°C a 2 mm.

f(Encontrado C=57.6; H=3.6; $C_{13}H_{10}Cl_2S$ exige C=58.0; H=3.7).


15 EJEMPLO 5:

Se prepara un polvo dispersable mediante la in-
 tima mezcla de los siguientes ingredientes:

20	Sulfuro de p-clorobencil-p-clorofenilo	= 20 gr.
	Belloid T.O.	= 8 "
	Caolin	= 52 "
	Sulfato de magnesio (Desecado)	= 20 "

EJEMPLO 6.

En la preparación de un compuesto, conveniente-
 para obtener una emulsión estable diluyéndole con agua, se
 25 disuelve suficiente sulfuro de p-clorobencil-p-clorofenilo
 en una mezcla de 10 partes en volúmen de Insem 108 (un agen-
 te emulsionante no iónico registrado) y 90 partes en volúmen
 de "Disolvente 20/1 Petrochemical" (un disolvente hidrocar-

20 1: 
208290

burado registrado, hirviendo dentro del orden de 200 a 210°C) para obtener una solución que contenga 20% P/V de ingrediente activo.

EJEMPLO 7.

5 En la preparación de un compuesto, conveniente para obtener una emulsión estable diluyéndola con agua, se disuelve suficiente sulfuro de p-clorobencil-fenilo en una mezcla de 10 partes en volumen de Insem 108 y 90 partes en volumen de xileno, para obtener una solución que contenga
10 15% P/V de ingrediente activo.

EJEMPLO 8.

15 Se obtiene un compuesto, conveniente para la preparación de un aerosol, disolviendo sulfuro de p-clorofenil-p-clorobencilo en una mezcla de partes iguales, en peso, de aceite de semilla de té y ciclohexanona de modo que se obtenga una concentración final de ingrediente activo de 25% P/V. Este compuesto puede ser dispersado mecánicamente de suerte que se obtenga, dentro del área a tratar, una concentración de 0.1-0.7 gr. de ingrediente activo por
20 1000 dm³.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en la Gran Bretaña, el 17 de Marzo de 1952, bajo el Número 6.870/52, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

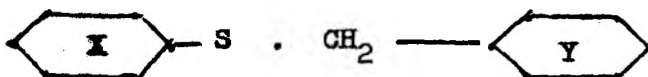


208290

---- N O T A ----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

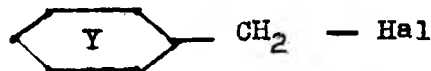
5 1º. Un procedimiento para la producción de un compuesto que tiene propiedades acaricidas y que posee la fórmula



10 donde el radical fenilo X está sin sustituir o lleva uno o más átomos de cloro como sustituyentes y el radical fenilo Y lleva uno o más átomos de cloro como sustituyentes, en cuyo procedimiento un haluro de bencilo sustituido de la fórmula



208290



(donde Hal es halógeno) se trata con un tiol, de la fórmula



5 2º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º., en el cual los reactivos se calientan bajo reflujo en presencia de un agente de condensación alcalino en condiciones anhidras.

10 3º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º. ó 2º., en el cual los reactivos son p-clorofeniltiol y cloruro de p-clorobencilo.

4º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º. ó 2º., en el cual los reactivos son feniltiol y cloruro de p-clorobencilo.

15 5º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º. ó 2º., en el cual los reactivos son p-clorofeniltiol y cloruro de o-clorobencilo.

6º. Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º. ó 2º., en el cual los reactivos son p-clorofeniltiol y cloruro de m-clorobencilo.

20 7º. Un procedimiento según se reivindica en

10 J



208290

el punto 1º., y sustancialmente como se describe en cualquiera de los ejemplos 1, 2 ó 4.

5 8º. Un procedimiento para la producción de una composición acaricida, que comprende mezclar un compuesto producido por el procedimiento reivindicado en cualquiera de los puntos 1º. a 6º., con un vehículo o diluyente.

10 9º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 8º., en el cual el vehículo o diluyente incluye un agente dispersante o favorecedor de la suspensión destinado a formar una dispersión o suspensión cuando se diluye con agua.

15 10º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 8º., en el cual el vehículo o diluyente incluye un agente emulgente y un disolvente orgánico con o sin un agente humectante.

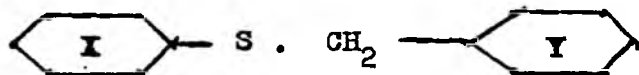
11º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 8º., en el cual el vehículo o diluyente es polvo.

20 12º. Un procedimiento según se reivindica en el punto 8º., en el cual el vehículo o diluyente incluye una composición generadora de humo o un propulsor de aerosol o niebla.

25 13º. Un procedimiento para destruir organismos nocivos sobre plantas, cuyo procedimiento comprende aplicar a las plantas un preparado que contiene como ingrediente activo un compuesto de la fórmula



2-8290



donde el radical fenilo X está sin sustituir o lleva uno o más átomos de cloro como sustituyentes y el radical fenilo Y lleva uno o más átomos de cloro como sustituyentes.

5 14º. Un procedimiento para la producción de sulfuros de bencil fenilo.

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

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

Madrid

10 JUN 1953

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

M/L/L.