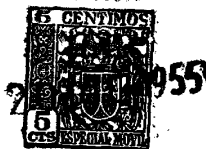


222 809

----- P.- 13.496.-
Rehecha I.



222809

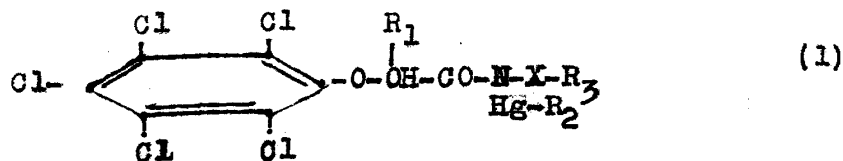
MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de G.H. BOEHRINGER SOHN, entidad alemana, estable-
cida en Ingelheim am Rhein, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MER-
CURIO-ALCOHILO-DIACILAMIDAS".

El presente invento se refiere a mercurio-
alcohol-diacilamidas, nuevas que representan valiosos agen-
tes insecticidas.

Se ha descubierto, que las nuevas mercurio-
5 alcohol-diacilamidas de la fórmula general



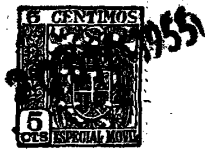


222809

son valiosos agentes insecticidas y de desinfección. En la fórmula de más arriba, R_1 significa hidrógeno o un radical alifático rectilíneo o ramificado con 1-4 átomos de carbono, y R_2 , un radical alifático rectilíneo o ramificado con 1 - 5 átomos de carbono. R_3 representa un sistema anular con carácter atómico, el cual, dado el caso, puede con- tener también pretero, átomos heterogéneos, y que, por su parte, puede también estar sustituido por átomos de haló- geno o un radical alcohilo con 1 - 3 átomos de carbono, por ejemplo fenilo, naftilo, piridilo o quinolino, etc. X repre- senta el grupo SO_2 o CO.

Los nuevos agentes insecticidas y de desinfección según el invento, poseen para los animales de sangre caliente una toxicidad escasa (ID 50 = 300 - 400 mg/kg de ratones blancos). Como los compuestos son además muy resistentes frente a los ácidos y álcalis, se hidrolizan tan sólo muy lentamente para formar ácido acético pentacloro- fenoxi, el cual representa un fungicida de sistema conocido. Por ello, el efecto de los insecticidas de acuerdo con el invento, perdura durante largo tiempo, ya que se suman, tanto la acción del compuesto en sí, como también la de los productos de hidrólisis.

Los compuestos de acuerdo con el invento se pueden emplear en forma de suspensiones, o también en forma de polvos. Así, por ejemplo pueden ser utilizados en esta forma, en calidad de cáusticos para cereales, semillas de nabos, cebolletas, etc. En general, pueden hallar aplicación



222809

en todos los casos en que se precise un fungicida o agente de desinfección eficaz. Dado el caso, pueden emplearse los compuestos de acuerdo con el invento, mezclados con otros agentes protectores y desinfectantes de plantas conocidos.

5 Los compuestos de acuerdo con el invento son por ejemplo eficaces contra los hongos fitopatógenos "alternaria solani" y "fitospora infestans" en las tomateras, aplicándose antes de la infección de la planta, en forma de suspensión acuosa con un contenido de materia activa de
10 0,01 a 0,005%. Los compuestos de acuerdo con el invento se caracterizan además por lo bien que son toleados por las plantas. Los pepinos, las judías, los tomates y las lechugas, soportan por ejemplo, una dosificación en exceso de hasta 10 veces, sin sufrir daños. Los suelos nutri-
15 cios de hongos, que poseen una concentración de 0,00125% de los compuestos de acuerdo con el invento, destruyen por ejemplo en absoluto los hongos siguientes:

20 Alternaria solani,
 Alternaria Senais,
 Botrytis cinerea,
 Fusarium nivale,
 Fusarium oxisporum,
 Monilia fractigena,
25 Fomo lingam,
 Venturia inaequalis.

Los compuestos de acuerdo con el invento pueden obtenerse por procedimientos, que en sí son conocidos para la síntesis de diacilamidas. Así, por ejemplo, se puede obtener por lo pronto la diacilamina a partir de los co-
30 rrespondientes ácidos grasos pentaclorofenoxi y las correspondientes amidas ácidas aromáticas. Esto se puede reali-



222809

zar por ejemplo mediante condensación del correspondiente cloruro de ácido graso pentaclorofenoxi, con las correspondientes amidas ácidas aromáticas, desdoblándose ácido clorhídrico a temperaturas elevadas, por ejemplo entre 150 y 200°.

5 La obtención de diacilamina puede llevarse también a cabo de manera, que el correspondiente componente del ácido acético pentaclorofenoxi, en forma de su amida, se transforma con el ácido aromático correspondiente, por ejemplo en forma del halogenuro ácido. La introducción del radical mercurio-alcoholo puede llevarse a cabo al calor, mediante los correspondientes compuestos mercurio-dialcoholo. El radical mercurio-alcoholo puede también ser introducido, obteniéndose a partir de la diacilamina el compuesto sódico, y transformándose después este con el correspondiente halogenuro de mercurio-alcoholo en el compuesto de nitrógeno terciario.

10

15

Los compuestos así obtenidos de la fórmula general más arriba indicada, son sustancias cristalinas incoloras. Son insolubles en agua, ácidos y alcalis, y tan sólo muy difícilmente solubles en disolventes orgánicos.

20

Es verdad que ya es conocido el empleo del mercurio en forma de sus sales o de sus compuestos organometálicos de las constituciones más diversas, en calidad de desinfectantes e insecticidas (véase The Chemistry and Action of Insecticides, H.H. Shephard. New York 1951). Ahora bien, todos estos compuestos son altamente tóxicos, de

25



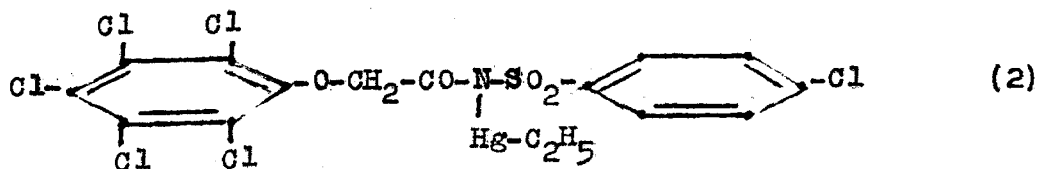
222809

manera que se emplee, al contrario de lo que ocurre con los compuestos de acuerdo con el invento, únicamente resulta posible adoptando grandes medidas de precaución.

Los ejemplos siguientes servirán para ilustrar el invento con más detalles.

Ejemplo 1

N-mercurio-etil-pentaclorofenoxiaceto-p-clorofenil-sulfonimina.



342 g de cloruro de ácido acético pentaclorofenoxi, junto con 191 g de p-clorobenzolsulfonamida, se calientan en un baño de aceite a 160°, hasta que cesa el desprendimiento de ácido clorhídrico. La reacción queda terminada al cabo de 4 a 6 horas. La pentaclorogenoxiacetoclorobenzolsulfonimina así obtenida, se pulveriza, se digiere con éter de petróleo y se recristaliza desde etanol.

15

Rendimiento: 85% del teórico. F. = 202°.

20

Análisis: $C_{14}H_7NO_4SCl_6$ Calculado: N 2,78 C 33,6 S 6,41%

Hallado: N 2,63 C 33,7 S 6,34%

99,6 g de pentaclorofenoxiaceto-p-clorobenzol-sulfonimina, junto con 51,6 g. de mercurio dietílico, se calientan durante 12 horas a reflujo en 250 ml de toluol. Una vez terminado el desdoblamiento de etano (alrededor de 12 horas), se absorbe y el compuesto de mercurio

25



222809

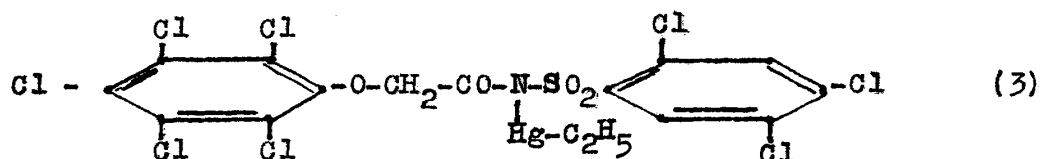
obtenido, se digiere con etanol.

Rendimiento: 90% del teórico. F. = 221 - 222°.

Ejemplo 2

N-mercurio-etilo-pentaclorofenoxiaceto-3,4,6-triclorofenil-sulfonimina.

5



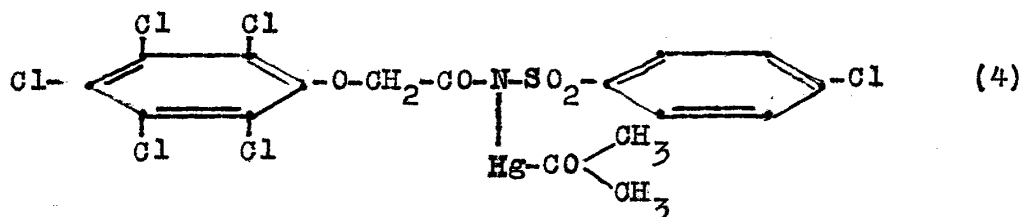
Se opera según se ha descrito en el Ejemplo 1, a excepción de que en lugar de 191 g de p-clorobenzol-sulfonamida, se emplea la cantidad equivalente de 3,4,6-triclorobenzolsulfonamida. Rendimiento=78% del teórico. F. = 217°.

10

Ejemplo 3.-

N-mercurio-isopropil-pentaclorofenoxiaceto-p-cloro-fenilsulfenilsulfonimina

15



Se opera según se ha descrito en el Ejemplo 1, a excepción de que en lugar de 51,6 g de mercurio dietílico, se emplea la cantidad equivalente de mercurio diisopropílico. Rendimiento = 85% del teórico. F. = 209°.

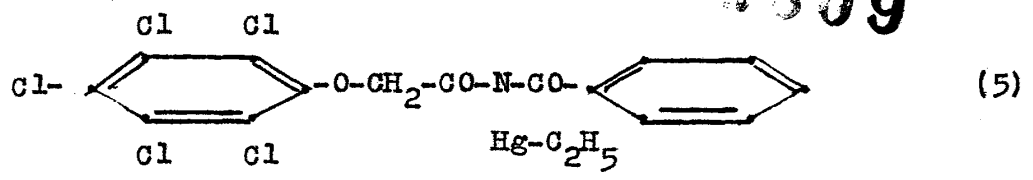
20

Ejemplo 4.-

N-mercurio-etilo-pentaclorofenoxiaceto-benzolimina.



22809



31 g de pentaclorofenoxiacetamida y 14 g de cloruro benzófico se calientan durante 8 horas a 100°. Una vez terminado el desdoblamiento de ácido clorhídrico, se pulveriza la substancia, se digiere con éter de petróleo y se recristaliza desde etanol. Rendimiento: 73% del teórico.

21 g del producto de la reacción se mezclan con 13 g de mercurio dietílico en una solución de 200 ml de toluol, y se hierven a reflujo durante 6 horas. El compuesto sedimentado se absorbe y se recristaliza desde toluol. Rendimiento: 87% del teórico. F.= 229°:

Ejemplo 5.-

Obtención de un polvo para suspensiones:

- a) 10% de una de las substancias de acuerdo con el invento.
 - 60% de caolin
 - 16% de celulosa metilica.
 - 10% de sulfato sódico
 - 4% de humectante (por ejemplo di-isocalcilnaftilsulfonato)
- b) 10% de una de las substancias de acuerdo con el invento
 - 10% de azufre
 - 16% de celulosa metilica



222809

50% de caolin

10% de sulfato sódico

4% de humectante

Una suspensión de 50 - 100 g de una mezcla según 5a), por ejemplo en 100 l de agua, proporciona un caldo pulverizable con un contenido de materia activa de 0,01 a 0,005%. Si se pulveriza este sobre una plantación de tomates, se previene la infección por hongos, tales como especialmente la *ftoftora* o la *alternaria*. El efecto sigue invariable al cabo de 3 semanas.

Ejemplo 6.-

Obtención de un agente cáustico o espolvoreable

10% de una de las sustancias de acuerdo con el invento, 90% de caolin. 300 g de esta mezcla se aplican a 100 kg de semilla de trigo, evitándose con ello un absoluto la infección por *trilletia tritici*, el tizón del trigo.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania, el 6 de Julio de 1954, bajo el Número B 31.736 IVa/75 l., se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial

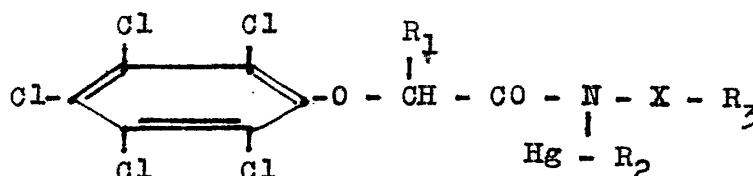


222809

---- 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. Procedimiento para la protección de plantas y demás, productos expuestos al ataque de animales, caracterizado por tratarse las plantas o demás productos a proteger, con un insecticida y desinfectante, que contiene como componentes activos una mercurio-alcoholo-diacilamida
10 de la fórmula general



en la que R_1 significa hidrógeno o un radical alifático rectilíneo o ramificado con 1-4 átomos de carbono y R_2 un radical alifático rectilíneo o ramificado con 1-5 átomos de carbono y en la que R_3 representa un sistema anular con carác-

15

222809



ter aromático, que dado el caso puede contener átomos heterogéneos o también estar substituído por átomos de halógeno o radicales alcohilos con 1-3 átomos de carbono, por ejemplo, fenilo, naftilo, piridilo o quinolilo, y donde X representa al grupo SO_2 ó CO .

2º. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado, por el empleo de un medio, que además de los componentes activos, contiene agentes diluyentes.

3º. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse un medio, en el que los componentes activos forman una suspensión en el agente diluyente.

4º. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse un medio en el que los componentes activos y el agente diluyente forman juntos un polvo esparcible.

5º. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por emplearse un medio que además contiene otros medios protectores de las plantas o desinfectantes.

6º. Un procedimiento para la preparación de mercurio-alcoholo-diacilamidas.

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



Esta Memoria consta de diez hojas y la presente, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 20 DIC. 1955

P. A.

222809

Alberto de Elzaburu

Por Poder.