

224751

PATENTE DE INVENCION



224751

MEMORIA DESCRIPTIVA

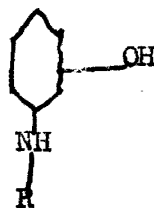
sobre:

"Procedimiento de fabricación de productos
"fungicidas y fungostáticos".

SOLICITANTE: Soci t  SOFIAGEN, entidad francesa, domiciliada en
72 Champs Elys es, Paris, Francia.

La presente invenci n se relaciona con un nuevo procedimiento de preparaci n de productos fungicidas y fungost ticos; por condensaci n de difenoles con aminas arom ticas o de naturaleza arom tica.

5. Los productos obtenidos seg n el procedimiento objeto de la presente invenci n, son del tipo difenilamina hidroxilada y responden a la f rmula general siguiente



224751



- 2 -

15. en la que los cuatro átomos de hidrógeno libres del núcleo bencénico pueden sustituirse , o no, por unos grupos -OH, -OCH₃, -O Alquilo, -COOH, -COO (Alquilo) - o -Alquilo-, o por un halógeno; un oxhidrilo OH se halla siempre, según se ha representado, en posición orto, meta o para; siendo R un radical aromático o heterocíclico de naturaleza aromática, como por ejemplo, del tipo tienilo o tiacilo.

20. Estos productos, obtenidos según la invención, poseen propiedades fungostáticas elevadas y acciones fungicidas más o menos importantes,

25. El procedimiento objeto de la presente invención, consiste en hacer reaccionar en condiciones de temperatura y de presión, adaptadas a los componentes, un difenol, tal como la resorcina o sus homólogos, con aminas aromáticas o de naturaleza aromática, en presencia de un catalizador tal como el cloruro de calcio, el cloruro de cinc, u otros agentes de condensación apropiados, después en arrastrar con vapor de agua los productos que hayan escapado a la reacción lo cual permite recoger

30. directamente el producto de reacción, del tipo difenilamina hidroxilada y purificarle eventualmente por un medio clásico, como por ejemplo, por disolución y recristalización en un disolvente conveniente.

35. El invento se comprenderá con más facilidad de la lectura de la descripción detallada que sigue de un ejemplo no limitativo del modo de ejecución del procedimiento objeto de la invención para la obtención de meta-hidroxidifenilamina por condensación de anilina y de

40. resorcina.

224751

- 3 -



- En un autoclave de acero (o mejor de acero inoxidable) provisto de medios de calefacción y de refrigeración así como de un dispositivo de agitación, y de capacidad conveniente, se introducen 82,500 kg. de resorcina y 279 kg. de anilina lo cual corresponde a una relación molecular de 1 molécula de resorcina por 4 moléculas de anilina, pero esta relación no es crítica. El conjunto se reduce al estado de masa fluida por calefacción con agitación a una temperatura de unos 120°.
45. Se van introduciendo poco a poco 190 kg. de cloruro de calcio anhidro y pulverizado, a la vez que se continúa la agitación, pero reduciendo el calentamiento en razón de la formación exotérmica de un complejo clorurado de calcio - anilina. Se cierra después el autoclave y se aumenta el calentamiento de modo que se alcance en la mezcla reaccional, una temperatura superior a 250° C. sin exceder sin embargo 300° C. Las condiciones reaccionales descritas en el presente ejemplo, sitúan la temperatura óptima a unos 270-280° C. Se mantiene esta temperatura durante 8 horas en el curso de las cuales la presión se vá elevando poco a poco en el autoclave para alcanzar finalmente unos 15 kg./cm². Después de refrigeración la mezcla reaccional se somete a un arrastre por vapor de agua que permite recuperar la anilina que no ha entrado en reacción. La masa de producto que no ha podido ser arrastrada por el vapor de agua, se lava con agua a 40° C., después se seca. El producto se purifica, por último en las mejores condiciones volviendo a tratar la masa con benzol, haciendo pasar la solución así obtenida por una masa descolorante y destilándola en vacío.
- 50.
- 55.
- 60.
- 65.
- 70.

224751



- 4 -

75. Se obtiene finalmente 220 Kg. de un producto que destila a 210° C. en vacío de 5 milímetros de mercurio. La meta-hidroxidifenilamina así obtenida es muy pura, de un color ligeramente ocre, y que puede reducirse fácilmente a polvo fino por trituración, para utilizarse directamente como tal para las diversas utilidades.

80. En el procedimiento descrito anteriormente, el agente de condensación es el cloruro de calcio, en el que la proporción indicada no es crítica, aun cuando corresponde a un máximo de rendimiento. Se puede reemplazar el cloruro de calcio por cloruro de cinc, obteniendo un rendimiento idéntico.

85. Las mismas condiciones reaccionales pueden realizarse para reacciones de condensaciones análogas, obteniéndose productos que respondan a la fórmula general antedicha. Así, pues, se pueden realizar, por ejemplo, condensaciones resorcina-toluidina o xilidina, resorcina-cloranilina, etc...

90. Los productos fungicidas y fungostáticos obtenidos por un procedimiento según la invención, son muy particularmente útiles para la protección de productos cítricos antes y después de la recolección; tienen igualmente utilización importante para la protección de los vegetales y en general, en las condiciones de calor y de
95. humedad más duras. Estos productos presentan además, una ausencia total de toxicidad, una gran facilidad de fijación y una excelente permanencia.

100. Un modo de utilización preferente, pero no limitativo, de los productos fungicidas y fungostáticos, obtenidos por un procedimiento según la invención, consiste

224751



- 5 -

105. en empastar el producto triturado con un emulgador y un poco de agua, después en incorporar por trituración la pasta así obtenida en un soporte tal como kaolin, un caseinato, etc... El material así obtenido se dispersa con facilidad en agua en las proporciones deseadas para las aplicaciones en el momento de su empleo.

110. Se sobrentiende que la invención no se limita al ejemplo descrito y a los productos particularmente citados, que pueden interpretarse fácilmente y cambiarse por expertos técnicos, sin salirse por ello del área de la invención que abarca todo procedimiento de fabricación de producto fungicida o fungostático que permite realizar la condensación de difenoles con aminas aromáticas o de naturaleza aromática.

115. N O T A

120. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 12 de Septiembre de 1955, nº 698.858, acogiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del mismo y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento de fabricación de productos fungicidas y fungostáticos"; caracterizándose por lo siguiente:

130. 1º.- Procedimiento de fabricación de productos

224751

29 OCT. 1955



- 6 -

- fungicidas y fungostáticos, del tipo difenilamina hidroxilada por condensación de difenoles con aminas aromáticas, o de naturaleza aromática, caracterizándose porque se hace reaccionar, en condiciones de temperatura y de presión adaptadas a los reactivos presentes, uno o varios difenoles con una o varias aminas aromáticas o de naturaleza aromática, en presencia de un agente de condensación conveniente, eliminando después los productos que hayan escapado a la reacción, para recoger directamente el
135. producto de reacción que es del tipo difenilamina hidroxilada y que después se puede, eventualmente purificar con facilidad por uno de los procedimientos conocidos.
140. 2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque el agente de condensación es un cloruro y más particularmente cloruro de calcio o cloruro de cinc.
145. 3º.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizándose porque la eliminación de los productos que hayan escapado a la reacción se realiza mediante un arrastre con vapor de agua.
150. 4º.- Procedimiento, según lo especificado **anteriores** en las reivindicaciones/, caracterizándose porque para la obtención de meta-hidroxi-difenilamina fungicida y fungostática, se condensa la resorcina y la anilina según queda descrito en las reivindicaciones 1, 2 o 3.
155. 5º.- Procedimiento, según reivindicación 4ª, caracterizándose porque la resorcina se pone en presencia de anilina en la proporción de 1 molécula de resorcina por 4 moléculas de anilina.
- 160.

224751

29 OCT 1955



- 7 -

165. 6^o.- Procedimiento, según reivindicaciones 4^a y 5^a, caracterizándose porque se mantiene la masa reacional durante 8 horas a una temperatura comprendida entre 250 y 300^o C. a la vez que se deja que la presión se eleve hasta unos 15 kg./cm².

7^o.- Procedimiento de fabricación de productos fungicidas y fungostáticos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 29 OCT. 1955

Société SUFRAGEM.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
P. R.