

290120

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 7522-Spain.

290120



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de isotiocianatos"

=====

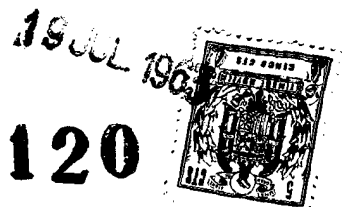
Solicitante: **FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT**, entidad alemana,
residente en **Leverkusen-Bayerwerk**, Alemania.

=====

La presente invención se refiere a una nueva forma de obtención de isotiocianatos ya conocidos, Estos isotiocianatos muestran propiedades nematocidas.

Ya es conocido que se obtienen isotiocianatos si
5. los isocianatos dihalogénicos se hacen reaccionar con sales

290120

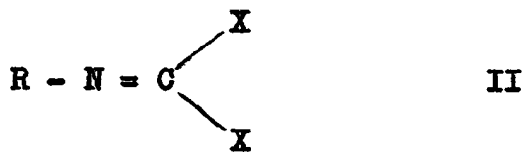


de metales alcalinos, alcalinos terrecos o de sulforosos o de compuestos sulhidrídicos (vease patente Belga 613 428).

Se ha descubierto que se obtienen los isocianatos conocidos de fórmula general



9. donde R significa restos alifáticos, cicloalifáticos, aralifáticos, aromáticos o heterocíclicos, en caso dado sustituidos por halógeno, alquilo, halógeno-alquilo y/o nitro si los isocianatos dialogénicos de fórmula



10. donde R tiene el mismo significado que en la fórmula I se hacen reaccionar con sulfuros de la fórmula



donde Y significa fósforo, arsenio o antimonio en presencia de disolventes inertes.

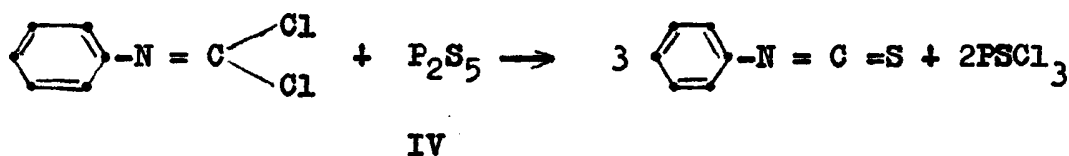
15. Es de considerar como extraordinariamente sorprendente que la reacción según la presente invención se desarrolle en forma lisa, ya que hasta ahora no era sabido que en los derivados de halógeno del carbono, el halógeno se pueda sustituir a través de pentasulfuro por azufre. El procedimiento según la presente invención ofrece la ventaja

290120



de que también se pueden hacer reaccionar los dicloruros isocianúricos sensibles a la hidrólisis.

5. Si en la reacción se parte de dicloruro fenilisocianúrico y pentasulfuro de fósforo, entonces el curso de la reacción según la presente invención se puede representar por el siguiente esquema



10. Los dihalogenuros isocianúricos a emplear para el procedimiento según la presente invención están claramente caracterizados por la fórmula II. Entonces R significa preferentemente un resto alquílico con 1 hasta 15 átomos de C, cicloalquílico con 5 hasta 6 átomos de C, bencilo, fenilo, naftilo y restos heterocíclicos con 5 hasta 6 miembros de anillo. Estos restos pueden estar preferentemente sustituidos por cloro, bromo, fluor, alquilo con 1 hasta 4 átomos de C, halógeno-alquilo y/o nitro. X representa preferentemente cloro, bromo y fluor.
- 15.

20. Isocianatos dialogenados adecuados para la reacción son por ejemplo, el dicloruro metil-, butil-, dodecil-, ciclohexil-, bencil- y fenilisocianúrico, difluoruro fenilisocianúrico, dibromuro fenilisocianúrico, dicloruro 4-clorofenil-, 3-nitrofenil- y naftilisocianúrico y el clorociano tetramero.

Como componente de reacción se emplea el pentasulfuro del fósforo, arsénico o antimonio.

25. Como diluyentes entran en consideración todos los



disolventes orgánicos inertes. Especialmente adecuados son los hidrocarburos alifáticos y aromáticos tales como bencina, xilol y tolueno, así como los hidrocarburos alifáticos y aromáticos clorados, tales como tricloroetano y clorobenzol. La reacción según la presente invención se puede efectuar en un gran margen de temperaturas. Por lo general se trabaja entre 80 y 220°C, preferentemente entre 100 y 150°C.

10. Para la realización de la reacción se agregan convenientemente los componentes de partida a un disolvente inerte y la mezcla se calienta hasta la solución total del pentasulfuro. Después de destilar el disolvente y el sulfocloruro que se forman se pueden aislar los isotiocianatos directamente por destilación. Los isotiocianatos a 15. obtener según la presente invención ya son conocidos (vease la patente Belga 613 428).

Los materiales según la presente invención tienen, con reducida toxicidad para los animales de sangre caliente, fuertes propiedades nematocidas y por lo tanto se pueden emplear para combatir los nematodos, especialmente los nematodos fitopatógenos.

Entre estos se encuentran esencialmente los Aphe- lenchoides, tales como *A. ritemabosi*, *A. fragariae*, *A. oryzae*; los *Ditylenchus* tal como *D. dipsaci*; los *Meloidogyne*, 20. tal como *M. arenaria* y *M. incognita*. los Heterodera, tal como *H. rostochiensis*, *H. schachtii*, así como los nematodos de raíces libres por ejemplo de la clase *Pratylenchus*, *Paratylenchus*, *Rotylenchus*, *Xyphinema* y *Radopholus*.

Especialmente eficaces son aquellos isotiocianatos 30. que muestran un núcleo aromático que contiene el sustituo-



29 0120

yente de halógeno.

- Los materiales de la presente invención se pueden emplear como tales o en forma de las formulaciones usuales, tales como concentrados emulsionables, polvos de rociado,
5. pastas, polvos solubles, medios de espolvoreado y granulados. Estos se obtienen en la forma conocida (vease Agricultural Chemicals, Marzo 1960, págs. 35 - 38). Como materiales auxiliares entran para ello especialmente en consideración: Disolventes, tales como sustancias aromáticas
10. (por ejemplo xilol, Benzol), aromáticas cloradas (por ejemplo clorobenzoles), parafinas (por ejemplo fracciones de petróleo), alcoholes (por ejemplo metanol, butanol, aminas (por ejemplo amina etanólica, formamida dimetílica) y agua; materiales vehículo, tales como harinas de piedra natural
15. (por ejemplo ácido silícico altamente dispersado, silicatos); emulsionadores, tales como los emulsionadores no iónicos y aniónicos (por ejemplo éster del ácido graso polioxietilénico, éter del alcohol graso polioxietilénico, sulfonatos alquílicos y sulfonatos arílicos) y medios de dispersión tales como lignina, lejías sulfíticas y celulosa metélica.
- 20.

Los materiales activos según la presente invención se pueden presentar en las formulaciones en mezcla con otros materiales activos conocidos.

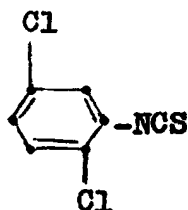
25. Las formulaciones contienen por lo general entre 0,1 y 95 porcientos en peso de material activo, preferentemente entre 0,5 y 90.

- Los materiales que se obtienen según la invención o sus formulaciones se pueden emplear en la forma usual
30. por ejemplo, mediante regado, rociado, esparcimiento, por



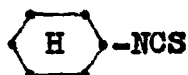
inyección en el suelo y para el tratamiento del fondo del arado.

Ejemplo 1



5. 73 g de dicloruro 2,5-diclorofenilisocianúrico y 22,2 g de pentasulfuro de fósforo se calientan hasta disolverse durante 10 horas en 200 ml de xilol hasta la ebullición. Terminada la solución se concentra por evaporación en vacío y mediante ulterior destilación se obtienen 56 g = 91% de la teoría del aceite de mostaza 2,5-diclorofenílico del P.E.₁₂ 143-147°C.

10. Ejemplo 2

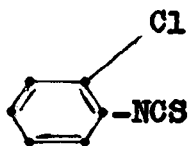


15. 54 g de dicloruro ciclohexilisocianúrico se calientan bajo adición de 22,2 g de pentasulfuro de fósforo en 150 ml de xilol durante 2 horas hasta disolverse. Después de concentrar por evaporación se obtienen 35 g = 82,5 % de la teoría del aceite de mostaza ciclohexílico del P.E.₁₂ 96-99°C.

Ejemplo 3

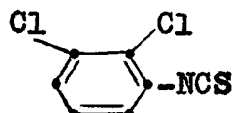
Análogo al modo de trabajo según el ejemplo 1 se hacen reaccionar los dicloruros isocianúricos correspondientes con pentasulfuro de fósforo a los compuestos siguientes:

29 0120



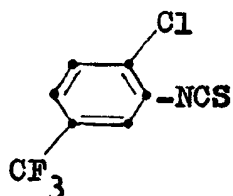
P.E.₁₂

Kp₁₂: 120 - 122^o



P.E.₁₂

Kp₁₀: 145 - 148^o



P.E.₁₂

Kp₁₂: 114 - 117^o

Ejemplo 4

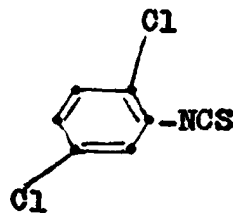
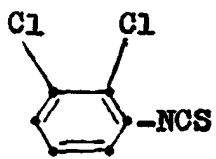
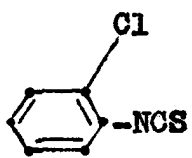
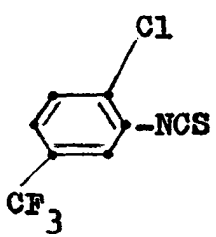
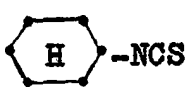
- Para determinar el efecto nematocida se mezclan los compuestos mencionados en las dosificación indicadas en tiestos con medio litro de tierra que está infectada con *Meloidogyne spec.* Los tiestos se dejan durante una semana cerrados a 20^o y a continuación se siembran con hortalizas y se deja a una temperatura de 27^o. Después de otras 4 semanas se efectua la comprobación de las raices en su ataque. En comparación con un control sin tratar se obtienen los siguientes grados de eficacia en %.
10. 100% significa que el ataque ha sido evitado totalmente. 0 % significa que la planta tratada ha sido atacada en igual forma como la planta de control sin tratar.



290120

T a b l a

Destrucción en % en concentraciones de

	200 ppm	100 ppm	50 ppm
	100	100	100
	100	98	80
	100	100	100
	100	98	95
	100	100	0

N O T A

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 se refiere a una solicitud de patente

5.

200120

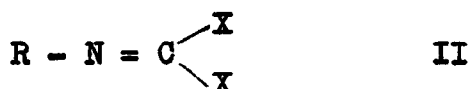


presentada en Alemania con fecha 20 de julio de 1962
 Nº. F 37371 IVb/12, acogiendo por lo tanto a los bene-
 ficios que conceden los Convenios Internacionales en vi-
 gor y siendo lo que constituye la esencia del referido in-
 vención y por lo que se solicita patente de invención por
 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION
 DE ISOTIOCIENATOS, caracterizandose por lo siguiente:

5.

1º. "Procedimiento para la obtención de isotiocia-
 natos", caracterizado, porque los isocianatos dihalogéni-
 cos de fórmula

10.



donde R significa restos alifáticos, cicloalifáticos, ara-
 lifáticos, aromáticos o heterocíclicos, en caso dado sus-
 tituidos por halógeno, alquilo, halógeno-alquilo y/o nitro
 y X halógeno, se hacen reaccionar con pentasulfuros de fór-
 mula

15.



donde Y significa fósforo, arsenico o antimonio en presen-
 cia de disolventes inertes.

20.

2º. Procedimiento para la obtención de isotiocia-
 natos, tal y como queda sustancialmente descrito en la
 presente memoria.

Esta memoria consta de 9 hojas escritas a máquina
 por una sola cara.

Madrid.

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

19 JUL 1963