

294589

PATENTE DE INVENCION

Le A 7811-Sp.



## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para la obtención de amidas trifluorometilfenílicas, del ácido trifluorometilfenilsulfónico"

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

La presente invención se refiere a nuevas - amidas trifluorometilfenílicas del ácido trifluorometilfenilsulfónico que muestran propiedades acaricidas, así como a un procedimiento para su obtención.

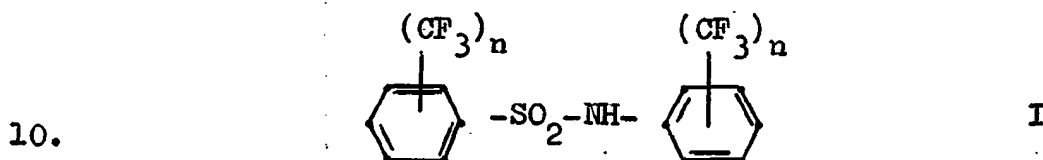
5. Ya se ha dado a conocer que las amidas tri-



294589

fluorometilfenílicas del ácido trifluorometilfenilsulfónico, que contienen además otros sustituyentes, preferentemente halógeno, muestran propiedades insecticidas (véase pat. belga 581 914).

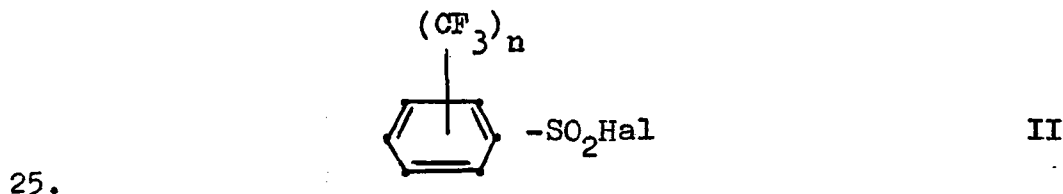
- 5. Se ha descubierto que las amidas trifluorometilfenílicas del ácido trifluorometilfenilsulfónico de fórmula



donde n es un número entero de 1 a 3, tienen fuertes propiedades acaricidas.

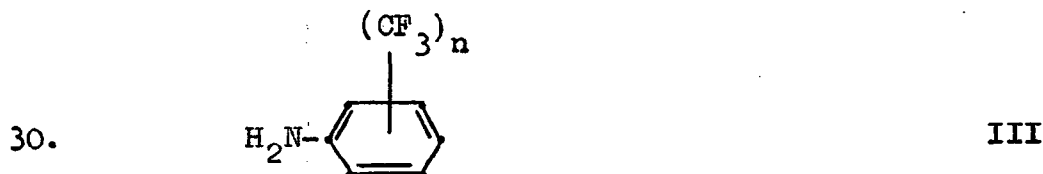
- 15. En la fórmula I significa n preferentemente 1 ó 2. De eficacia especialmente buena son aquellos compuestos que en total contienen por lo menos tres grupos trifluorometílicos.

- 20. Además se ha descubierto que se obtienen las amidas trifluorometilfenílicas del ácido trifluorometilfenilsulfónico de fórmula I, si los halogenuros del ácido trifluorometilfenilsulfónico de fórmula



donde n es 1, 2 ó 3 y

Hal significa halógeno, especialmente cloro, se hacen reaccionar, en caso dado en presencia de bases, con aniluros trifluorometílicos de fórmula general



294589

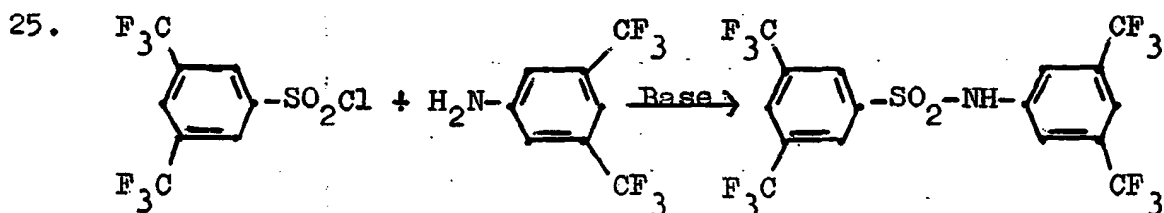


donde n es 1, 2 ó 3.

La reacción se efectua convenientemente en presencia de un diluyente.

Es extraordinariamente sorprendente que los

5. compuestos según la presente invención, que como sustituyente contienen exclusivamente grupos de trifluorometilo y ningunos átomos de halógeno, tengan una -  
eficacia considerablemente mayor que los compuestos -  
conocidos del actual estado de la técnica que contie-
10. nen, tanto grupos de trifluorometilo, como también -  
átomos de halógeno. Además es de considerar como des-  
tacadamente sorprendente que los compuestos de la presente invención, contrario a los compuestos conocidos  
más próximos, con mayor eficacia acaricida, sean con-  
siderablemente menos fititóxicos. Sólo por esta razón
15. resultan especialmente ventajosos para combatir los -  
ácaros de araña. Los nuevos materiales según la presente invención representan un considerable enriqueci-  
miento de la técnica.
20. Si en la reacción según la presente inven -  
ción se parte de cloruro 3,5-bis-trifluorometilbenzolu  
sulfónico y anilina 3,5-bis-trifluorometílica, enton-  
ces el curso de la reacción se puede representar me-  
diante el siguiente esquema de fórmulas:



30. IV.

294589



Los halogenuros benzolsulfónicos que entran en consideración para el procedimiento según la presente invención están claramente caracterizados por la fórmula II arriba indicada. Los grupos trifluorometílicos pueden estar tanto en la posición orto, como también en la posición meta y para.

Como ejemplos para los sulfocloruros sean mencionados en detalle:

El cloruro 3-trifluorometilbenzolsulfónico, el cloruro 3,5-bis-trifluorometilbenzolsulfónico, el cloruro 4-trifluorometilbenzolsulfónico, el cloruro 2,4,6-tris-trifluorometilbenzolsulfónico.

Las anilinas a emplear de acuerdo con la presente invención están exactamente definidas por la fórmula II arriba indicada. También aquí pueden estar los grupos trifluorometílicos en la posición orto, meta y para.

Como ejemplos sean mencionados en detalle:

Anilina 3-trifluorometílica, anilina 4-trifluorometílica, anilina 3,5-bis-trifluorometílica y anilina 2,4,6-tris-trifluorometílica.

Como diluyentes entran en consideración para el procedimiento según la presente invención todos los disolventes orgánicos inertes, así como también agua. En detalle sean mencionados:

Piridina, diclorobenzol, dioxano, acetoni-trilo y formamida dimetílica.

La reacción según la presente invención se puede efectuar empleando ligadores de ácido. Estos, sin embargo, no son imprescindibles. Como ligadores

294589



de ácido entran en consideración todos los ligadores de ácidos empleados usualmente, por ej. piridina, amina trietilica, carbonato potásico.

5. La reacción según la presente invención se puede efectuar en un margen de temperaturas amplio. Por lo general se trabaja entre 0 - 180°, preferentemente entre 0 y 80°.

10. Para la realización del procedimiento según la presente invención se emplean los componentes de reacción en cantidades equimoleculares. Sin embargo pudiera ser conveniente emplear un exceso de anilina trifluorometilica.

15. Una forma de ejecución especialmente conveniente consiste en preparar los componentes amínicos, en caso dado junto con un diluyente, y agregar el halogenuro sulfónico en porciones.

La elaboración de la mezcla de reacción se efectúa en la forma usual.

20. Los compuestos según la presente invención muestran fuertes propiedades acaricidas y ovicidas. Se pueden emplear contra todos los estados de desarrollo de ácaros de araña normal-sensibles, pero también resistentes. Es de destacar especialmente que los materiales según la presente invención muestran solo una  
25. fitotoxicidad reducida.

30. Los materiales según la presente invención se pueden emplear como tales o formular en la forma usual. Como formulaciones entran en consideración preferentemente las emulsiones y dispersiones acuosas, así como también los polvos. Las formulaciones se pre



294589

paran empleando los medios de emulsión, dispersión y alargadores usuales.

En la tabla a continuación se representa - el efecto acaricida de dos de los compuestos según la presente invención comparado con el derivado conocido más próximo.

Los ensayos se hicieron en la forma usual. Las emulsiones se prepararon disolviendo una parte - del material activo en cuatro partes de formamida dimetífica y diluyendo el concentrado, bajo empleo de un emulsionador, con agua hasta la concentración de - seada.

T A B L A

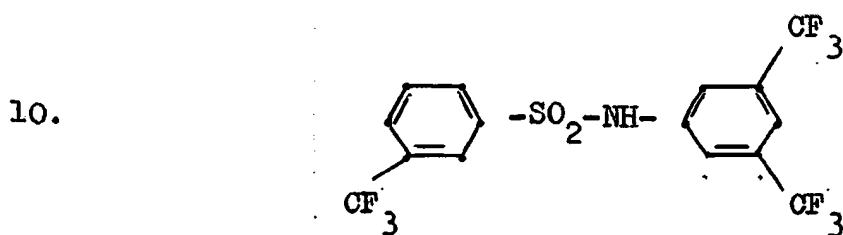
Tetranychus telarius				
<u>sensibilidad normal</u>		<u>resistente</u>		
Concentración en % (Material activo/ agua)	Muertes en %	Conc. en %	Muertes en %	
		(Material activo/a- gua)		
	0,05	100	0,05	100
	0,02	90	0,02	80
	0,01	50	0,01	30
	0,05	90	0,05	100
	0,02	80	0,02	70
			0,05	100
			0,02	0
(ya conocido)				

294589



De la tabla se desprende la superioridad de los materiales según la presente invención. Mientras que los materiales según la presente invención no dañan las plantas, por ej. las plantas de judías, se presentó un fuerte daño por el compuesto ya conocido.

Ejemplo 1.

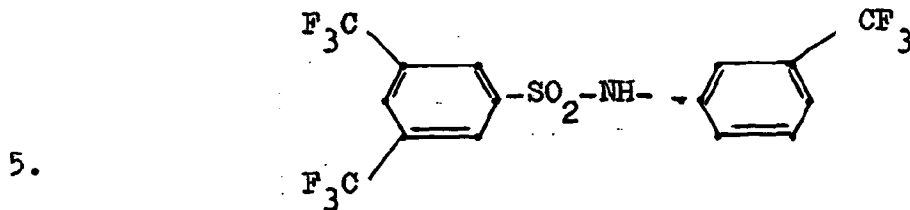


A una solución de 228 g de anilina 3,5-bis-trifluorometílica en 1 litro de piridina se agregan en porciones, a 0 - 5°, en el transcurso 1 - 2 horas, 245 g de cloruro 3-trifluorometilbenzolsulfónico y después de calentar a temperatura ambiente se agita durante 8 horas. Finalmente se calienta durante 1 hora a 60° y la mezcla de reacción enfriada se vierte sobre 2 kg de hielo en 2 litros de ácido clorhídrico al 20 %. Se precipita así un aceite que después de destilar las huellas restantes de anilina 3,5-bis-trifluorometílica no reaccionadas, solidifica con vapor de agua. La amida 3-trifluorometilbenzol-3',5'-bis-trifluorometilbenzolsulfónica se puede limpiar -recibiéndola en sosa cáustica acuosa y precipitando con ácido clorhídrico acuoso. Mediante recristalización de alcohol ligroina se obtiene un producto del punto de fusión 112°.



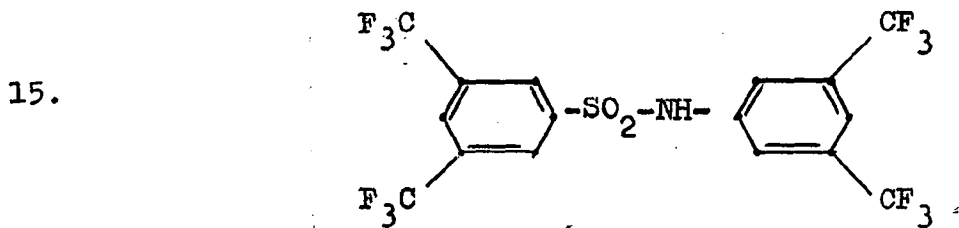
294589

Ejemplo 2.



10. En forma análoga se preparó del cloruro 3,5-bis-trifluorometilbenzolsulfónico y anilina 3-trifluorometílica la amida 3,5-bis-trifluorometilbenzol-3'-trifluorometilbenzolsulfónica. P.F. 108 (recristalizada de ligroina).

Ejemplo 3.



20. De cloruro 3,5-bis-trifluorometilobenzolsulfónico y anilina 3,5-bis-trifluorometílica se obtiene en forma análoga la amida 3',5'-bis-trifluorometilbenzol-sulfónica. P.F. 113-114º (Recristalización de alcohol).

N O T A

25. 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

30.

294589

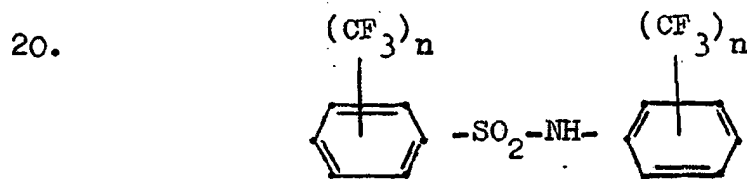


corresponde a una solicitud de patente presentada - en Alemania con fecha 17 de diciembre de 1.962 bajo el número F 38 576 IVb/120 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye -

- 5. la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España "Procedimiento para la obtención de amidas trifluorometilfenílicas, del ácido trifluorometilfenilsulfónico" caracterizándose por lo siguiente:
- 10.

1ª.- "Procedimiento para la obtención de - amidas trifluorometilfenílicas del ácido trifluorometilfenilsulfónico", caracterizado, porque los halo genuros trifluorometilbenzolsulfónicos, en caso dado

- 15. en presencia de ligadores de ácido, se hacen reaccionar con anilinas trifluorometilfenílicas a amidas trifluorometilfenílicas del ácido trifluorometilfenilsulfónico de fórmula



donde n es un número entero de 1 a 3.

- 25. 2ª.- "Procedimiento para la obtención de - amidas trifluorometilfenílicas, del ácido trifluorometilfenilsulfónico"; tal y como queda substancialmente descrita en la presente Memoria.



204589

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

17 DIC 1903

Madrid,

FARBENFABRIKEN BAYER  
AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GÓMEZ ACEVO Y MODER  
S. C.