

331595

PATENTE DE INVENCION

Le A 9635-Sp



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de sales pentahalogenofenilaminamónicas de efecto bactericida".

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

La presente invención se refiere al empleo de nuevas sales N-pentahalogenofenilaminamónicas como materiales activos para combatir bacterias fitopatógenas.

5. Hasta ahora no se conocen materiales



xi y/o alquilo, y/o un resto hidrocarburo alifático, en caso dado sustituido por halógeno, debiendo sin embargo significar solo uno de los Rⁿ un resto arilmético, X cloro o bromo y Z un anión;

5. muestran fuertes propiedades bactericidas contra las bacterias fitopatógenas.

En la fórmula (I) arriba indicada significa Rⁿ restos iguales, así como también restos distintos entre sí.

10. Sorprendentemente muestran los materiales activos según la presente invención una eficacia bactericida más fuerte contra las bacterias fitopatógenas que el oxicloriguro de cobre conocido según el actual estado de la técnica.

15. Los materiales activos según la presente invención están unívocamente definidos por la fórmula (I) de arriba. En esta fórmula significa A preferentemente una cadena de hidrocarburo alifático con 2 hasta 6 átomos de carbono, especialmente alquilenos y alquilenos con, cada vez, 2 hasta 6 átomos de carbono. Estas cadenas alifáticas pueden estar interrumpidas por fenileno, oxígeno o azufre.

20. R¹ significa preferentemente hidrógeno y alquilo con 1 hasta 2 átomos de carbono. R² significa preferentemente arilmético en el cual el resto arilmético es fenilo o naftilo. Estos restos están preferentemente sustituidos por cloro, bromo, nitro, alcoxi con 1 hasta 2 átomos de carbono y/o alquilo con 1 hasta 2 átomos de carbono. Rⁿ significa además

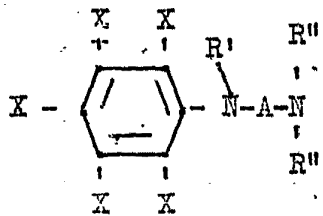
30. más restos de hidrocarburo alifático con 1 hasta

26

4 átomos de carbono, especialmente alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, alqueno y alquino con 2 hasta 4 átomos de carbono. Los restos están preferentemente sustituidos por cloro y bromo.

- 5. X significa en la fórmula (I) cloro y bromo y Z preferentemente aniones que con el catión pentahalogenofenilaminamónico forman una sal, por lo menos en aprox un 0,01% soluble en agua, tal como cloro, bromo, yodo, sulfato alquílico o sulfonato toluénico. La constitución química del anión no tiene aquí importancia alguna.
- 10.

Las nuevas sales pentahalógenofenilaminamónicas se obtienen si las N-pentahalogenofenilaminas de fórmula

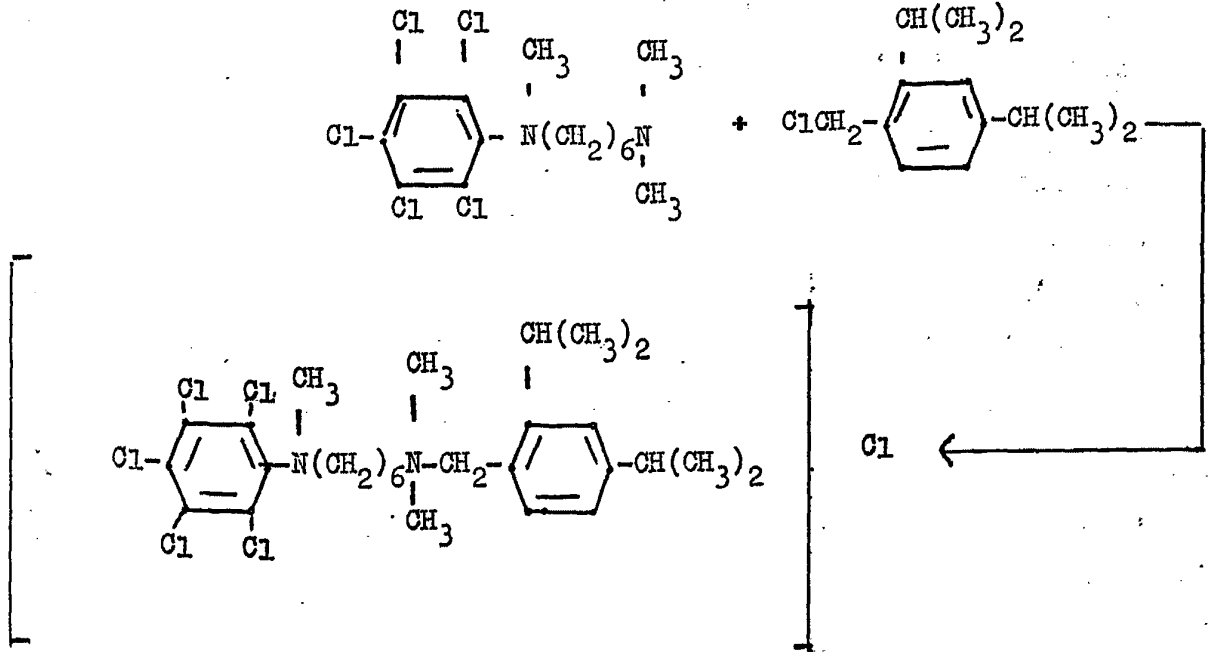


(II)

- 15. en la cual A, R', R'' y X tienen el mismo significado como arriba indicado, se hacen reaccionar con agentes de alquilización que, como resto alquilizante, contengan un resto R'', en caso dado en presencia de diluyentes.
- 20. Si se emplean N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-trimetil-hexametilendiamina y cloruro 2,4-diisopropil-bencílico como materiales de



partida se puede representar el desarrollo de la reacción mediante el siguiente esquema de fórmulas:



Como ejemplo de las pentahalogenofenildiaminas a reaccionar sean mencionadas en detalle:

- 5. N¹-pentaclorofenil-N²,N²-dimetil-etilendiamina
- " -N²-alil-N²-metil-etilendiamina
- " -N¹,N²,N²-trimetil-trimetilendiamina
- " -N²,N²-dietil-trimetilendiamina
- 10. " -N¹,N²,N²-trimetil-tetrametilendiamina
- " -N²,N²-dimetil-hexametilendiamina
- " -N¹,N²,N²-trimetil-hexametilendiamina
- " -N¹,N²-dimetil-N²-bencil-hexametilen-
- diamina



N¹-pentaclorofenil-N²,N²-dialilhexametilendiamina
N¹-pentabromofenil-N²,N²-dimetil-hexametilendiamina
(N¹-pentaclorofenil)-aminoetil-2,4-dimetil-5-N²,N²-
dimetil-aminoetil-benceno.

5. Las N¹-pentahalógenofenildiaminas par-
cialmente alquilizadas, empleadas como materiales de
partida, no se conocían hasta ahora. Se pueden obte-
ner según distintos procedimientos.

10. Así se pueden preparar metilando las
correspondientes N-pentahalógenofenildiaminas con
una mezcla de ácido fórmico y formaldehído.

15. También se pueden obtener haciendo reac-
cionar las alquilendiaminas N²,N²-disustituídas o
bien N¹,N²,N²-trisustituídas con hexaclorobenceno
(véase Pat. US 2.829.164).

20. Para la preparación de las sales
N-pentahalógenofenilaminamónicas de las N¹-penta-
clorofenildiaminas se pueden emplear todos los me-
dios de alquilización usuales que contengan un res-
to R" alquilizante. En detalle sean mencionados los
siguientes medios de alquilización:

- | | |
|------------------------------------|---------------------------------------|
| Cloruro alílico | Cloruro 3-nitrobenílico |
| Bromuro etílico | Cloruro propargílico |
| Yoduro benílico | Toluenosulfonato de metilo |
| 25. Yoduro butílico | Fosfato trimetílico |
| Cloruro 3-cloroalílico | Naftalina 1-clorometílica |
| Cloruro 2,5-dimetilben-
cílico | Sulfato dietílico |
| Cloruro 4-isododecilben-
cílico | Cloruro 2,5-diisopropilben-
cílico |



Metanofosfonato de dipropilo Cloruro 3,4-diclorobencílico

Cloruro metílico Cloruro 2,4-dimetilbencílico

- Como diluyente entran para la alquilización en consideración: los alcoholes, tales como el butanol, los nitrilos, tales como el acetonitrilo, el éter, tal como el dioxano, y el éter dibutílico, así como los hidrocarburos aromáticos y alifáticos, tales como el benceno, el xileno, el ciclohexano y el metilciclohexano. Las sales N-pentahalogenofenilaminamónicas son, en la mayoría de los casos, insolubles en los hidrocarburos alifáticos y cicloalifáticos, de manera que se pueden separar con facilidad.

- Para la realización del procedimiento de la presente invención se hace reaccionar 1 Mol de N-pentahalogenodiamina con aprox. 1 hasta 3 Mol, preferentemente 0,95 hasta 1,1 Mol de agente de alquilización. Las temperaturas de reacción pueden variar en un amplio margen. Por lo general se trabaja entre 20° y 130°, preferentemente entre 70 y 110°. Por casos especiales, por ejemplo en las reacciones con medios de alquilización de fácil ebullición, tales como cloruro metílico, cloruro alílico, cloruro propargílico, puede ser ventajoso efectuar la reacción bajo presión. El margen de presión se determina entonces por la presión parcial del agente de alquilización.

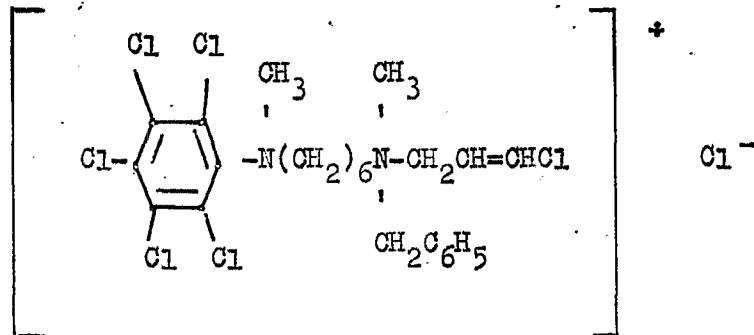
- Para evitar dificultades en la elaboración de los productos de reacción se debe excluir muy severamente la humedad. La mayoría de los com-



puestos son extremadamente higroscópicos.

A continuación se describe con más detalle la preparación de algunos materiales activos según la presente invención.

5. Preparación de material activo 1



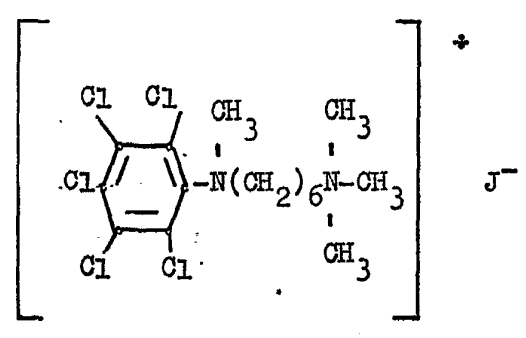
- 121 g de N¹-pentaclorofenil-N¹,N²-dimetil-N²-bencil-hexametilendiamina (0,251 Mol) y 56 g de cis,trans-1,3-dicloropropeno (0,505 Mol) se mezclan y se mantiene durante 18 horas a 80°. La masa viscosa cristaliza al agregar 200 ml de bencina ligera. Después de 2 horas se separan los cristales y se lavan con 300 ml de bencina ligera. Después de secar en alto vacío a 70° asciende el rendimiento en cloruro N²-6-(N¹-pentaclorofenil-N¹-metil)-aminohexil-N²-metil-N²-bencil-N²-3-cloroalil-amónico a 144,2 g (97% de la teoría, referido a la diamina empleada). La sal amónica se puede recrystalizar en poco tolueno. Nitrogeno: encontrado 4,91%, calculado 4,72%; cloro: encontrado 42,0%, calculado 41,96%.
20. El producto de partida necesario se ob-

26 SEP 1966

tiene como sigue:

5. 165,5 g de N²-bencil-N¹-pentaclorofenil-hexametilendiamina (0,364 Mol) se gotean en el transcurso de 9 minutos a una mezcla calentada a 80°C de 85,5 g de ácido fórmico al 98% (1,82 Mol) y 69 g de solución al 35% de formaldehído (0,8 Mol). Después se mantiene la mezcla de reacción aún durante 4 horas a 88°C. Al elaborar se obtienen 165,5 g de N²-bencil-N²,N¹-dimetil-N¹-pentaclorofenil-hexametilendiamina en bruto.
- 10.

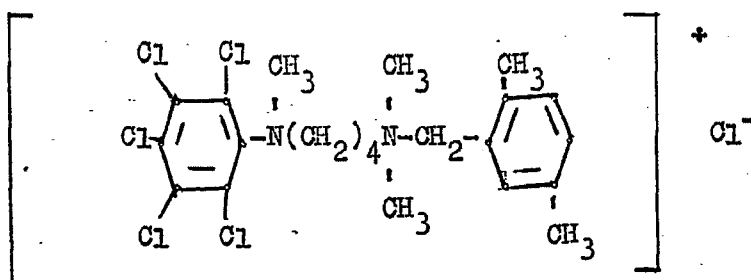
Preparación de material activo 2 -



15. 34,1 g de yoduro metílico (0,24 Mol) se gotean en el transcurso de 10 minutos a una solución mantenida a 50°C de 98 g de N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-trimetil-hexametilendiamina (0,242 Mol) en 500 ml de ciclohexano. La mezcla de reacción se mantiene aún durante 8 horas a 50°C, los cristales formados se separan, se lava con ciclohexano y se recristaliza en agua y clorobenceno. El rendimiento en yoduro N²-6-(N¹-pentaclorofenil-N¹-metil)-aminohexil-
- 20.

N^2, N^2, N^2 -trimetil-amónico del p.f. 201° asciende a 128 g (96% de la teoría, referido a la diamina empleada). Carbono: encontrado 34,97%, calculado 35,03%; nitrógeno: encontrado 4,89%, calculado 5,11%.

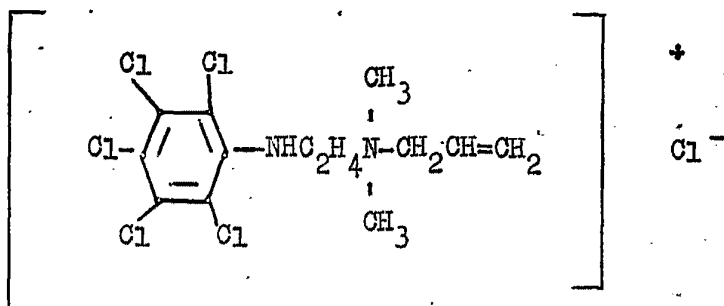
5. Preparación de material activo 3 -



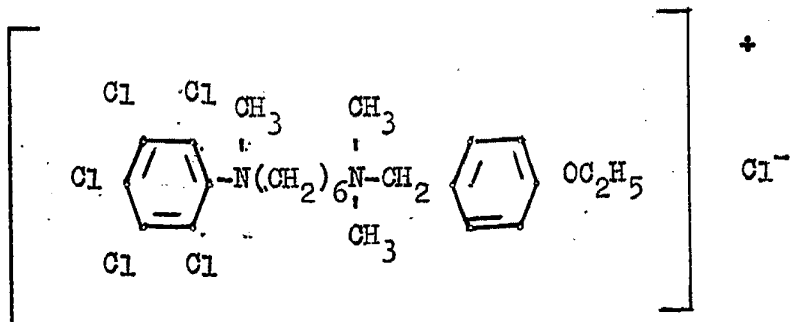
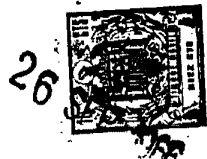
270 g de N^1 -pentaclorofenil- N^1, N^2, N^2 -trimetil-tetrametiléndiamina (0,713 Mol), 111 g de cloruro 2,5-dimetilbencílico (0,718 Mol) y 100 ml de ciclohexano metílico se mezclan y se mantiene durante 40 horas a 82° . Durante la duración de la reacción se diluye la mezcla con otros 600 ml de ciclohexano metílico. Los cristales se separan a temperatura ambiente, se lavan dos veces con 200 ml de ciclohexano metílico, una vez con 300 ml de acetona y se secan en vacío a 60° . El rendimiento en cloruro $N^2-4-(N^1$ -pentaclorofenil- N^1 -metil)-aminobutil- N^2, N^2 -dimetil- N^2 -2,5-dimetilbencil-amónico del p.f. 183° asciende a 356,5 g (93,5 % de la teoría, referido a la diamina empleada).

20. Preparación de material activo 4 -

26 SEP 1954

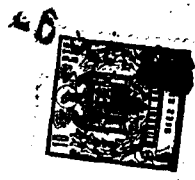


- 108 g de N¹-pentaclorofenil-N²,N²-dimetil-etilendiamina (0,321 Mol), 100 ml de xileno, 25 g de cloruro alílico (0,326 Mol) se mezclan, se mantienen durante 1 hora a 60° y después, en el transcurso de 5 horas, se calienta a 100°. La mezcla se mantiene durante 48 horas a 100°. Después se separan los cristales, se lavan con bencina ligera y se secan en vacío a 70°. El rendimiento en cloruro N²-2-(N¹-pentaclorofenil)-aminoetil-N²,N²-dimetil-N²-alilamónico asciende a 95 g (71,5 % de la teoría, referido a la diamina empleada). Recristalizado de dietilcetona-etanol (8:1) tiene el compuesto un p.f. de 175-181°. Carbono: encontrado 37,47%, calculado 37,81%; nitrógeno; encontrado 6,72%, calculado 6,78%.
15. Preparación de material activo 5 -



5. 81,3 g de N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-trimetil-hexametilendiamina (0,2 Mol), 130 ml de cetona metilética anhídoro y 34,1 g de cloruro p-etoxibencílico (0,2 Mol) se mantienen durante 20 horas a unos 78°, después se mezcla la mezcla de reacción líquida con 300 ml de ciclohexano y se enfría bajo agitación. Los cristales formados de la sal amónica se separan y se lavan con ciclohexano. El rendimiento en cloruro N²-6-(N¹-pentaclorofenil-N¹-metil)-aminohexil-N²,N²-dimetil-N²-4'-etoxibencilamónico del p.f. 72° asciende a 109 g (= 94,5% de la teoría, referido a la diamina empleada).

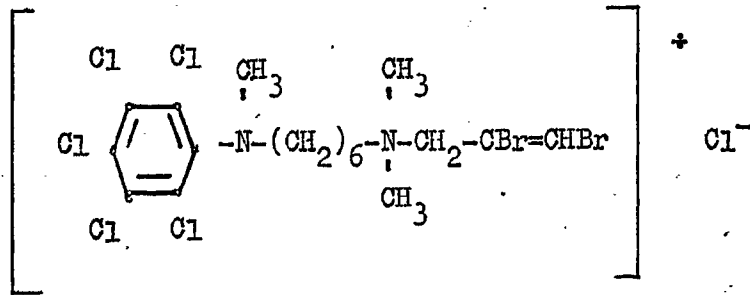
10. La N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-trimetilhexametildiamina empleada como material de partida no es conocida hasta fecha. Se obtiene agregando una solución de 109,4 g de N-pentaclorofenilhexametildiamina (0,3 Mol) en 163 ml de xileno en el transcurso de 40 minutos a una mezcla mantenida a 84-90° de 80 g de ácido fórmico al 98% (1,7 Mol) y 94 g de solución de formaldehído al 35% (1,1 Mol) y manteniendo la mezcla durante 5 horas a 90°. Para su
- 15.
- 20.



elaboración se mezcla la mezcla de reacción con 700 ml de agua, se separa la fase xilénica superior, la fase acuosa se pone fuertemente alcalina y se extrae con ciclohexano. La fase ciclohexánica suministra 115 g de N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-trimetilhexametilendiamina en bruto, de la que, mediante destilación, se pueden obtener 108,5 g del producto puro del punto de ebullición 160°/0,02.

5.

Preparación de material activo. 6 -



10.

69 g de N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-trimetil-hexametilendiamina (0,17 Mol) disueltos en 100 ml de ciclohexano metílico se mezclan con 39,8 g de cloruro 2,3-dibromo-alílico (0,17 Mol) y se calienta durante 18 horas a 80°. Después se diluye

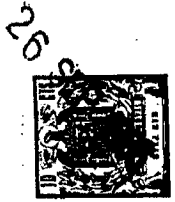
15.

la mezcla de reacción con 400 ml de ciclohexano metílico y se deja enfriar. El disolvente se separa del producto de reacción precipitado, se agita nuevamente con 200 ml de ciclohexano metílico a unos 80° y la sal amónica se separa del disolvente. La

20.

sal amónica se calienta finalmente en alto vacío a 70°. Se obtienen 95 g de una masa higroscópica.

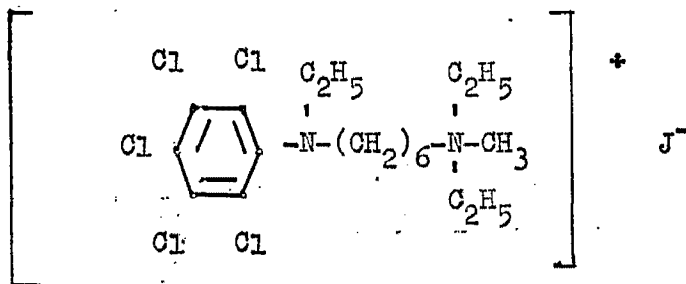
Bromo: Encontrado 24,8%, calculado 24,9%;



cloro: encontrado 32,7%, calculado 32,3%; nitrógeno: encontrado 4,43%, calculado 4,37%.

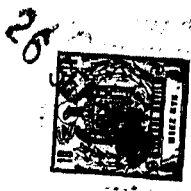
5. El cloruro 2,3-dibromo-alílico, empleado como material de partida, se puede obtener mediante adición de bromo a cloruro propargílico, disuelto en tetraclorocarbono, a 5-10°; p.e. 63 - 68°/8.

Preparación de material activo 7 -



10. 12 g de N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-tri-
etil-hexametilendiamina, disueltos en 90 ml de ciclohe-
xano, se mezclan con 4 g de yoduro metílico y se man-
tiene durante 3 horas a 80°. La sal amónica precipi-
tada se separa y se lava con ciclohexano. Rendimien-
to 7 g de yoduro N²-6-(N¹-pentaclorofenil-N¹-etil)-
N²-metil-amónico. Carbono: encontrado 39,0%, calcu-
lado 38,6%; nitrógeno: encontrado 4,70, calculado
15. 4,74%; yodo: encontrado 21,1%, calculado 21,5%.

20. La N¹-pentaclorofenil-N¹,N²,N²-trietil-
hexametildiamina se obtiene mediante calentamiento
durante 10 horas de hexaclorobenceno con N¹,N²,N²-
trietil-hexametilendiamina en exceso a 225°, tra-
tamiento del producto de reacción con sosa cáustica



y ciclohexano, destilación de las partes solubles en ciclohexano y separación de la fracción del p.e. 164/0,009.

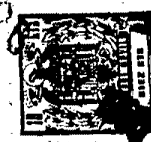
- 5. Los materiales activos según la presente invención muestran un efecto bactericida fuerte contra las bacterias fitopatógenas. Debido a su reducida toxicidad para los animales de sangre caliente y su reducida fitotoxicidad se pueden emplear con buenos resultados para la protección de las plantas contra las enfermedades provocadas por bacterias.
- 10.

Los agentes bactericidas se emplean en la protección de las plantas ante todo contra las Xanthomonas, Pseudomonas y Erwinia.

- 15. Los materiales activos según la presente invención se han acreditado muy especialmente para combatir las Xanthomonas malvacearum en el algodón y las Pseudimonas vesicatoria en los tomates.

- 20. Los materiales activos según la presente invención se pueden transformar en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas se obtienen en la forma usual, por ejemplo alargando los materiales activos con disolventes y/o materiales de carga, en caso dado empleando medios de emulsión y/o de dispersión, pudiéndose emplear, en el caso de utilizar agua como diluyente, en caso dado disolventes orgánicos como agentes solubilizantes (véase Agricultural Chemicals, Marzo 1960, pág. 35-38).
- 25.

- 30. Como agentes auxiliares entran esencialmente en consideración los disolventes, (por ej. el



-16-

- xileno, el benceno), los aromatos clorados (por ej. los clorobencenos), las parafinas (por ej. las fracciones de petróleo crudo), los alcoholes (por ej. el metanol, el butanol) y agua; los materiales de carga, tales como minerales naturales molturados (por ej. las caolinas, las arcillas, el talco, la creta) y los minerales sintéticos molturados (por ej. el ácido silícico altamente dispersado, los silicatos); los medios de emulsión tales como los emulsionadores no ionógenos y aniónicos (por ej. el éster polioxi-
5. etilénico del ácido graso, el éter polioxi-
10. etilénico del alcohol graso, los sulfonatos alquílicos y arílicos) y los agentes de dispersión tales como la lignina, las deslixiviaciones sulfíticas y la celulosa metílica.
15.

Los materiales activos se pueden encontrar presentes en las formulaciones en mezcla con otros materiales activos conocidos.

- Las formulaciones contienen por lo general entre 0,1 y 95% en peso de material activo, preferentemente entre 0,5 y 90.
20.

- Los materiales activos se pueden emplear como tales en forma de sus formulaciones o en formas de aplicación preparadas de ellas, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y
25. granulados listos para su empleo. Se aplican en la forma usual, por ej. mediante rociado, pulverizado, aspersión y fumigación. Los materiales activos no solo se pueden emplear para combatir las bacterias
30. sobre las hojas y demás partes de las plantas que cre-



cen sobre la superficie de la tierra, sino también, para el decapado de la sementera.

5. Al emplearse para el tratamiento de las partes de las plantas que crecen sobre la tierra puede oscilar la concentración de material activo entre amplios márgenes. Por lo general se trabaja con concentraciones entre 0,2 y 0,005% en peso. Este margen, sin embargo, se puede sobrepasar o no alcanzar en algunos casos especiales.
10. Al emplearse como medio para decapar la sementera puede estar el material activo contenido en el material decapador en una cantidad de 5 - 100%, preferentemente de 10 - 80%. Del medio decapador se emplean 1 - 50 g/kg de sementera, preferentemente 2 - 15 g/kg de sementera.
15. Ejemplo 1 -
Ensayo contra bacterias *Xanthomonas malvacearum*.
Disolvente: 0,9 partes en peso de acetona.
20. Agente de dispersión: 0,1 partes en peso de éter nonilfenolpoliglicólico.
Suspensión acuosa de bacterias: 99 partes en peso.
25. La cantidad de material activo necesaria para la concentración de material activo deseada se mezcla con la cantidad de disolvente o agente de dispersión indicada y el concentrado se diluye con una suspensión de bacterias acuosa de la cantidad indicada.
30. Para la obtención de una suspensión de



-18-

bacterias se machacan en el mortero un total de 60 cm² de hojas de algodón infestadas de *Xanthomonas malvacearum*, se suspende en un litro de agua y se filtra a través de gasa.

5: En las dos primeras hojas totalmente desarrolladas de dos brotes de algodón se infiltran, cada vez, 3 lugares de 4 cm² de tamaño con un agudo chorro de agua.

10: La suspensión se inyecta dentro del plazo de 15 minutos después de su fabricación sobre los 12 lugares en total infiltrados en las hojas.

15: 7 días después del tratamiento con la suspensión se determina el ataque en los lugares en las hojas en porcentos del ataque en los lugares de hojas, en plantas de control o testigo inoculadas pero no tratadas con material activo. 0% significa ningún ataque. 100% significa que el ataque es igual de elevado como en las plantas testigo.

20: Los materiales activos, las concentraciones y los resultados se desprenden de la tabla a continuación.

T a b l a

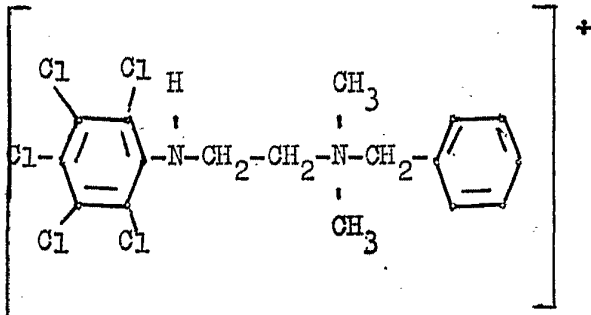
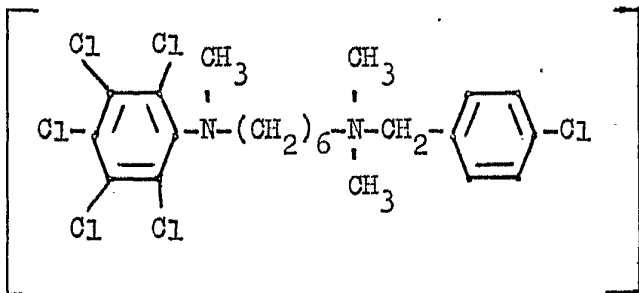
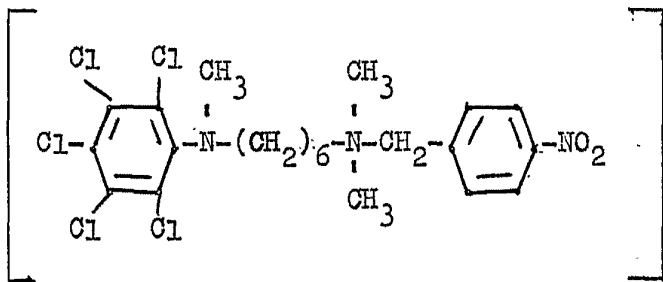
Ensayo con bacterias *Xanthomonas malvacearum*

Material activo

Ataque en % del ataque del control con tratar con una concentración de material activo (en %) de

0,03

0,01

	0,03	0,01
	65	100
	15	
	11	37



T a b l a

Ensayo con bacterias *Xanthomonas malvacearum*

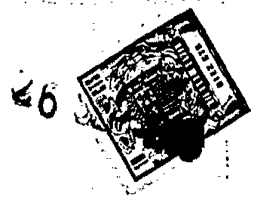
Material activo

Ataque en % del ataque del control con tratar con una concentración de material activo (en %) de

0,03

0,01

	Cl ⁻	21	30
	J ⁻	0	0
(Fp 201)			
	Cl ⁻	0	0
(Fp 175-189 ^o)			
	Cl ⁻	18	31



T a b l a

Material activo

Ataque en % del ataque del control con tratar con una concentración de material activo (en %) de

0,03

0,01

	Cl ⁻	0	87
	Cl ⁻	4	94
	Cl ⁻	16	
	SO ₄ CH ₃ ⁻	0	0

26

T a b l a

Material activo

Ataque en % del ataque del control con tratar con una concentración de material activo (en %) de

0,03

0,01

$\left[\begin{array}{c} \text{Cl} \quad \text{Cl} \\ \quad \\ \text{C}_6\text{H}_2 \\ \quad \\ \text{Cl} \quad \text{Cl} \end{array} \text{---NH---}(\text{CH}_2)_2\text{---N} \begin{array}{c} \\ \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{---CH}_2\text{---} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+$	Cl^-	0
$\left[\begin{array}{c} \text{Cl} \quad \text{Cl} \quad \text{CH}_3 \\ \quad \quad \\ \text{C}_6\text{H}_3 \\ \quad \\ \text{Cl} \quad \text{Cl} \end{array} \text{---N---}(\text{CH}_2)_4\text{---N} \begin{array}{c} \\ \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{---CH}_2\text{---} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+$ <p>(Fp. 183°)</p>	Cl^-	13
$\left[\begin{array}{c} \text{Cl} \quad \text{Cl} \quad \text{CH}_3 \\ \quad \quad \\ \text{C}_6\text{H}_3 \\ \quad \\ \text{Cl} \quad \text{Cl} \end{array} \text{---N---}(\text{CH}_2)_6\text{---N} \begin{array}{c} \\ \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{---CH}_2\text{---CH=CHCl} \right]^+$	Cl^-	2
$\left[\begin{array}{c} \text{Br} \quad \text{Br} \\ \quad \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \quad \\ \text{Br} \quad \text{Br} \end{array} \text{---NH---}(\text{CH}_2)_6\text{---N} \begin{array}{c} \\ \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{---CH}_2\text{---CH=CHCl} \right]^+$	Cl^-	2

26 SEP 1966

T a b l a

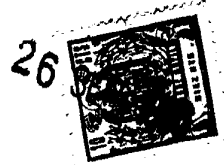
Material activo

Ataque en % del ataque del control con tratar con una concentración de material activo (en %) de

0,03

0,01

	$+$ Cl^-	<p>8</p>
	$+$ Cl^-	<p>0</p>
	$+$ Cl^-	<p>0 0</p>
	$+$ Cl^-	<p>0 0</p>
	$+$ J^-	<p>0 0</p>



N O T A

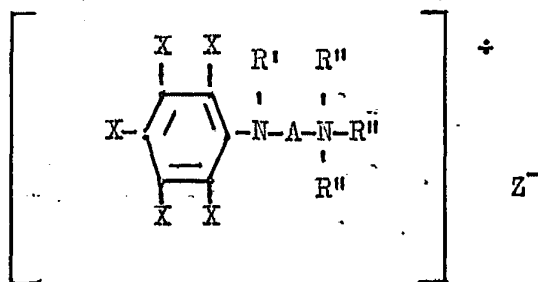
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones

5. 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 presentada en Alemania nº F 47.281 IVb/12 qu de 27 de septiembre

10. de 1.965 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTEN

15. CION DE SALES PENTAHALOGENOFENILAMINAMONICAS DE EFECTO BACTERICIDA"; caracterizándose por lo siguiente:

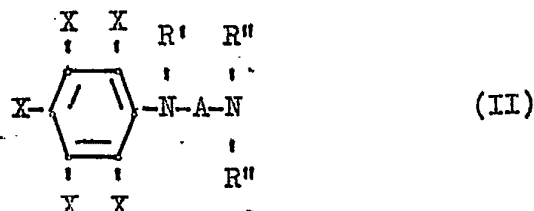
1ª - Procedimiento para la obtención de sales pentahalogenofenilaminamónicas de efecto bactericida, de fórmula general



(I)



- en la cual A significa una cadena de hidrocarburo alifático con 2 átomos de carbono como mínimo, que en caso dado puede estar interrumpida por arileno o heteroátomos, R' significa hidrógeno o alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono, R'' significa un resto arilmetílico, en caso dado sustituido por halógeno, nitro, alcoxi y/o alquilo, y/o un resto hidrocarburo alifático, en caso dado sustituido por halógeno, debiendo sin embargo significar solo uno de los R'' un resto arilmetílico, X significa cloro o bromo y Z significa un anión, caracterizado porque las aminas de fórmula
- 5.
- 10.



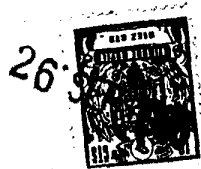
- en la cual A, R', R'' y X tienen el significado arriba indicado se hacen reaccionar con agentes de alquilización de fórmula
- 15.



en la cual R'' y Z tienen el significado de arriba.

- 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la reacción se efectúa a una temperatura entre 20 y 130°C, preferentemente entre 70° y 110°C.
- 20.

3ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como diluyentes para



la alquilización se emplean alcoholes, nitruros, éter ó hidrocarburos aromáticos y alifáticos.

5. 4ª - Procedimiento según la reivindicación 1-3, caracterizado porque se trabaja bajo exclusión de humedad.

5ª - Procedimiento para la obtención de sales pentahalogenofenilaminamónicas de efecto bactericida, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

10. Esta Memoria consta de veintisiete hojas escritas á máquina por una sola cara.

Madrid,

26 SEP 1933

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI

p. p. Firmado: F. Hernández Ruiz