

336862



PATENTE DE INVENCION

Le A 9866-Sp.

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para preparar derivados sulfamídicos de efectos fungitóxicos".

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

La presente invención se refiere a nuevos derivados sulfamídicos que tienen propiedades fungitóxicas, así como a un procedimiento para su obtención.

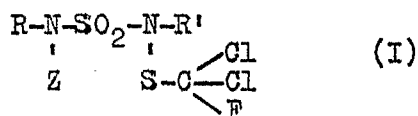
5.

Ya es sabido que los compuestos -



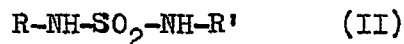
- que contienen un radical triclorometilmercapto o un radical diclorofluormetilmercapto, se pueden emplear como materiales activos fungicidas. Algunos de estos materiales activos han alcanzado en la práctica una
5. importancia muy grande (Véase la patente alemana - 921 290 y la solicitud alemana 1 193 498).

Se ha descubierto ahora que los nuevos derivados sulfamídicos de fórmula general



- en la que R y R' significan alquilo o alquenido, y Z
10. hidrógeno o diclorofluormetilmercapto, tienen fuertes propiedades fungitóxicas.

También se ha descubierto que se obtienen los derivados sulfamídicos de la fórmula (I) si las sulfamidas disustituídas de fórmula,



15. en la que R y R' tienen el significado arriba indicado, se hacen reaccionar en proporción molar de aproximadamente 1:1 o aproximadamente 1:2 con cloruro de fluordiclorometanosulfenilo en presencia de un agente aceptor de ácido.

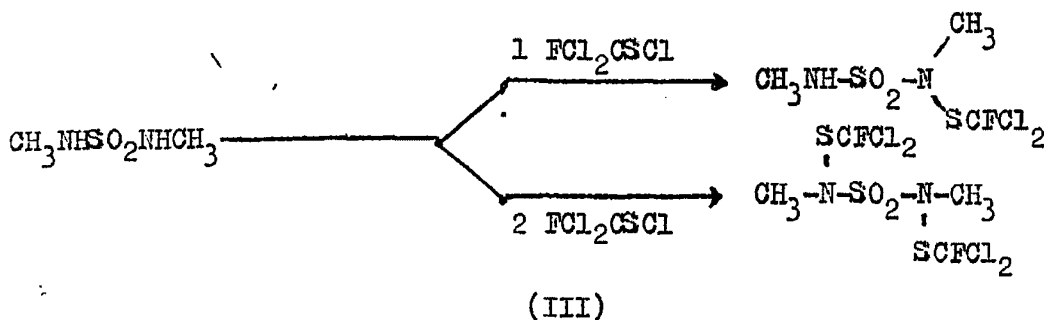
20. Es de considerar como extraordinariamente sorprendente que los materiales activos según la presente invención, tengan un efecto fungicida superior que el de los fungicidas de constitución química similar conocidos por el actual estado de la
25. técnica.

336862



Los materiales activos según la presente invención representan por lo tanto un enriquecimiento de la técnica.

5. El transcurso de la reacción del procedimiento, según la presente invención, se puede representar mediante el siguiente esquema de fórmulas habiéndose empleado dimetilsulfamida como material de partida.

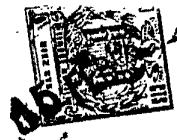


10. Los compuestos de partida son en principio conocidos. Las sulfamidas aún no conocidas se preparan en igual forma como las sulfamidas ya conocidas, es decir, mediante reacción de las aminas primarias correspondientes con cloruro de sulfurilo.

15. Las sulfamidas están unívocamente caracterizadas por la fórmula (II). En esta fórmula R y R' significan, preferentemente, alquilo con 1-4 átomos de carbono así como alquénilo con 3 - 4 átomos de carbono, es decir, alilo.

20. La reacción se puede efectuar en presencia de disolventes orgánicos inertes. Entre estos se encuentran por ejemplo los hidrocarburos, tales como benceno, éteres, tal como dietil éter y dioxano. Pero también se puede trabajar en presencia de agua.

336862



5. Como agente aceptor de ácido se pueden emplear los aceptores de ácido usuales, es decir, las aminas terciarias, tales como trietilamina y piridina, así como también las bases inorgánicas, tales como los carbonatos alcalinos y los hidróxidos alcalinos.

10. Las temperaturas de reacción, pueden variar en un amplio margen. Por lo general se trabaja entre 0 y 80°C, preferentemente entre 20 y 50°C.

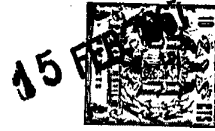
15. Para la realización del procedimiento se emplean, según el producto final deseado, o bien 1 mol o 2 moles de cloruro de fluordiclorometanosulfenilo por 1 mol de sulfamida. Convenientemente se trabaja en presencia de un diluyente. La elaboración del producto de reacción se efectúa en la forma usual.

20. Los materiales según la presente invención muestran un grado elevado de efecto fungitóxico y poseen una toxicidad para los animales de sangre caliente relativamente reducida, por lo cual son de sencillo manejo y se pueden emplear prácticamente para combatir el indeseado crecimiento de hongos. Su buena compatibilidad con las plantas permite también una aplicación contra las enfermedades fúngicas de las plantas mediante tratamiento de la planta de cultivo, o de piezas individuales de la misma, o de la simiente, o también del terreno de cultivo.

25. Los materiales activos son especialmente activos contra los hongos provocadores de la traqueomicosis que

30.

336862



- atacan las plantas desde el suelo, tales como las clases Verticillium, Fusarium y Phialophora. Pero también actúan muy bien contra los hongos transmisores de simientes, tales como Tilletia tritici y contra las clases que viven en el suelo, tales como Rhizoctonia, Fusarium, Pythium y Thielaviopsis.
- 5.
- 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 preparan en forma conocida, por ejemplo mezclando los materiales activos con materiales de carga, es decir, con disolventes líquidos y/o materiales de carga sólidos, en caso dado, empleando agentes tensioactivos, tales como agentes de emulsión y/o dispersión. En el caso de emplear agua como medio de carga se pueden utilizar, por ejemplo, también, disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. Como disolventes líquidos entran principalmente en consideración: los aromáticos, tales como xileno y benceno, los aromáticos clorados, tales como clorobencenos, las parafinas, tales como las fracciones del petróleo crudo, los alcoholes, tales como metanol y butanol, los disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida y dimetil sulfoxido, así como el agua; como materiales de carga sólidos: las harinas de los minerales naturales, tales como la caolina, las arcillas, el talco y la creta, y las harinas de los minerales sintéticos, tales como el ácido silícico altamente disperso y los silicatos; como agentes de emulsión: los
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

336862

- 6 -



emulsionadores no ionógenos y aniónicos como el éster polióxietilénico de un ácido graso, el éter polioxietilénico de un alcohol graso, por ejemplo, - alquil-aril-poliglicóléter, y los sulfonatos alquílicos y arílicos; como agentes de dispersión: por ejemplo la lignina, las deslixiviaciones sulfíticas y la metil celulosa.

10. Los materiales activos según la presente invención se pueden encontrar en las formulaciones en mezcla con otros materiales activos conocidos, tales como fungicidas, insecticidas, acaricidas, nematocidas, abonos o agentes mejoradores de la estructura del suelo.

15. 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 las formas de aplicación preparadas de ellas, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados ya listos para su empleo. - La aplicación se realiza en la forma usual, por ejemplo mediante pulverizado, rociado, niebla, esparción, espolvoreado, riego, decapado en seco, decapado en suspensión, decapado en húmedo y decapado en mojado.

25. En el decapado se emplean por lo general por kg de simientes, cantidades de material activo de 10 mg hasta 10 g, preferentemente de 100 mg hasta 3 g.

30. En el tratamiento del suelo, que

336862



5. se puede realizar en la superficie total, en forma de tiras o en forma de puntos, se precisan en el lugar donde se espera el efecto unas concentraciones de material activo de 1 hasta 1000 g de material activo por m³ de tierra, preferentemente de 10 hasta 200 g por m³.

Ejemplo A

10. Ensayo con medio para el tratamiento del suelo / Micosis nacida en el terreno. Para obtener un preparado de material activo adecuado se diluye el material activo con talco a un 5% y, a continuación, con arena de cuarzo hasta obtener un contenido de material activo del 0,5%.

15. El preparado de material activo se mezcla con una cantidad igual de tierra unitaria de Fruhstorfer que primeramente se esterilizó y después se inyectó con cultivos puros de los hongos de ensayo. Se llenan unos tiestos con la tierra y se siembran con 5 x 10 semillas de marca de la planta de ensayo. Los tiestos se colocan a las temperaturas indicadas en el invernáculo y se mantienen a la humedad normal.

20. 3 semanas después de la siembra se determina el número de plantas sanas en % de las semillas plantadas. 0 % significa que no creció ninguna planta sana, 100 % significa que de todas las semillas germinaron plantas sanas.

25. Los materiales activos, las concentraciones de material activo en la tierra, los hongos de ensayo, las plantas de ensayo, las temperaturas -

336862



del invernáculo así como los resultados se desprenden de la tabla a continuación:

T a b l a

Ensayo con medio para el tratamiento del suelo / Miosis nacida del terreno

Número de plantas sanas en %

Hongos de ensayo: Rhizoct. Fusarium Verticill. Thielaviopsis solani culmorum alboatrum sis basicola

Planta de ensayo: Guisante Guisante Guisante Algodón

Margen de Temperaturas: 18-22° 22-25° 22-25° 22-25°

Materiales activos	Concentración de material activo - en mg/litro de tierra.	18-22°	22-25°	22-25°	22-25°
Tierra de Frustorfer <u>un</u> itaria, esterilizada, sin tratar	-	93	91	87	79
Tierra de Frustorfer <u>un</u> itaria, esterilizada e <u>in</u> yectada, sin tratar	-	2	12	11	0
N-triclorometiltiotetrahidroftalimida (véase pat. alem. 921 290)	100 200 500	25 34 42	35	38	46
$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{N}-\text{SO}_2-\text{N}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \quad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100	f i t o t ó x i c o		fitotóxico	
$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{N}-\text{SO}_2-\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \quad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100	0	0	22	18
(véase sol. de pat. alem. 1 193 498)					
$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{N}-\text{SO}_2-\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \\ \text{CH}_3 \quad \quad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100	5	0	0	24
(véase sol. de pat. alem. 1 193 498)					
$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{N}-\text{SO}_2-\text{N}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \\ \text{SCFCl}_2 \quad \quad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100	90			
(a)					
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5-\text{N}-\text{SO}_2-\text{N}-\text{C}_2\text{H}_5 \\ \quad \quad \\ \text{SCFCl}_2 \quad \quad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100 200	85 84			
(b)					
$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7-\text{N}-\text{SO}_2-\text{N}-\text{C}_3\text{H}_7 \\ \quad \quad \\ \text{SCFCl}_2 \quad \quad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100 200	72 82	61		
(c)					

336862



$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9\text{-N} - \text{SO}_2 - \text{N-CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCL}_2 \qquad \text{SCFCL}_2 \end{array}$	100 200	75 88	54		
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{-N} - \text{SO}_2 - \text{N-CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{H} \qquad \qquad \text{SCFCL}_2 \end{array}$	100 200	75 84		80	80
$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7\text{-N} - \text{SO}_2 - \text{N-C}_3\text{H}_7 \\ \qquad \qquad \\ \text{H} \qquad \qquad \text{SCFCL}_2 \end{array}$ <p>(a)</p>	100	71	71		
$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9\text{-N} - \text{SO}_2 - \text{N-CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{H} \qquad \qquad \text{SCFCL}_2 \end{array}$	100 200	70 84	59	83	70
$\begin{array}{c} \text{CH}_2=\text{CH-CH}_2\text{-N-SO}_2\text{-N-CH}_2\text{-CH}=\text{CH}_2 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCL}_2 \text{SCFCL}_2 \end{array}$	50 100 200	53 79 84	32 46		

Ejemplo B

Ensayo con medio para el tratamien

to del suelo/Pythium ultimum.

Para obtener un preparado de mate-

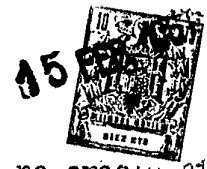
5. rial activo adecuado se diluye el material activo con talco a un 5% y, a continuación, con arena de cuarzo hasta un contenido en material activo del 0,5%.

El preparado de material activo se

10. mezcla con una cantidad igual de tierra de mantillo - infestada naturalmente que al sembrar con guisantes, según la experiencia, conduce a grandes pérdidas entre las plantas germinadas debido al Pythium ultimum. Se llenan unos tiestos con la tierra y se siembran - con 5 x 10 semillas de guisantes de marca. Los ties
15. tos se mantienen a 15 - 18° en el invernáculo y a la humedad normal.

3 semanas después de la siembra -

se determina el número de plantas sanas en % de las -



semillas sembradas. 0 % significa que no creció ninguna planta sana, 100 % significa que de todas las semillas brotaron plantas sanas.

Los materiales activos, las concen

5. traciones de material activo en la tierra y los resultados se desprenden de la tabla a continuación:

T a b l a

Ensayo con medio para el tratamiento del suelo/*Pythium ultimum*

Materiales activos	Concentración de material activo en mg/litro tierra.	Número de plantas sanas en %
Sin tratar	-	8
N-Triclorometiltioftalimida (Véase pat. alemana 921 290)	100	12
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$ (Véase sol. de pat. alemana 1 193 498)	100	fitotóxico
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$ (Véase sol. de pat. alemana 1 193 498)	100	14
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$ (Véase sol. de pat. alemana 1 193 498)	100	14
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	25 50 100	72 80 88
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 - \text{H} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{C}_2\text{H}_5 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	25 50 100	60 76 93
$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100	77
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{H} \qquad \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100	78
$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{H} \qquad \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	100	75
$\begin{array}{c} \text{CH}_2 = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH}_2 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	50 100 200	92 96 96

336862



Ejemplo C

Ensayo con medio de decapado de si-
mientes / *Tilletia tritici* (Micosis nacida en la se-
milla)

5. Para obtener un preparado de mate-
rial activo adecuado se diluye el material activo con
una mezcla de partes iguales de talco y tierra de in-
fusorios a una mezcla finamente pulverizada con la -
concentración de material activo deseado.
10. Se contaminan semillas de trigo con
5 g de Chlamydo-esporas de *Tilletia tritici* por kg. -
de simiente. Para el decapado se vierte la simiente
con el agente de decapado en una botella de cristal
cerrada. Las semillas se exponen sobre arcilla húme-
da bajo una capa protectora de gasa y 2 cm de tierra
de mantillo moderadamente húmeda, durante 10 días, en
la nevera a 10°C, a condiciones de germinación ópti-
mas para las esporas.
15. A continuación se determina micros-
cópicamente la germinación de las esporas sobre los
granos de trigo que cada vez están infestados con -
aproximadamente 100 000 esporas. El material activo
será más eficaz cuantas menos esporas hayan germinado.
20. Los materiales activos, las concen-
traciones de material activo en el agente de decapa-
do, las cantidades de material de decapado empleadas
y los porcentajes de germinación se desprenden de la
tabla a continuación:
- 25.

336862 45 F



T a b l a

Ensayo con medio de decapado de simientes/Tilletis tritici

Materiales	Concentración de material - activo en el agente de decapado en % en peso.	Cantidad - de material activo en - g/kg de simiente.	Germinación de las esporas en %
Sin tratar	-	-	75
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$ (Véase sol. de pat. alemana - 1 193 498)	30	1	0,5
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$ (Véase. sol. de pat. alemana - 1 193 498)	30	1	0,5
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3) \\ \qquad \qquad \\ \text{CH}_3 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$ (Véase. sol. de pat. alemana - 1 193 498)	30	1	0,5
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	10 30	1 1	0,000 0,000
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{C}_2\text{H}_5 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	30	1	0,005
$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{C}_3\text{H}_7 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	30	1	0,05
$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	30	1	0,01
$\begin{array}{c} \text{C}_4\text{H}_9 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_3 \\ \qquad \qquad \\ \text{H} \qquad \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	30	1	0,01
$\begin{array}{c} \text{CH}_2 = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{N} - \text{SO}_2 - \text{N} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH}_2 \\ \qquad \qquad \\ \text{SCFCl}_2 \qquad \text{SCFCl}_2 \end{array}$	10 30	1 1	0,000 0,000



336862

Ejemplo D

Ensayo de marchitamiento / Claveles

5. En el ensayo descrito a continuación se comprueba en los materiales activos (a), (b), (c) y (d) (Véase ejemplo A) su efecto fungicida contra la *Phialophora cinerescens*.

10. Para el ensayo se plantaron en la tierra plantones de claveles, bien arraigados, a la cual se había agregado una mezcla de harina de maíz-arena crecida con *Phialophora cinerescens*. La inoculación condujo, en las plantas no tratadas, después de tres semanas, a los primeros síntomas de enfermedad y después de 5 a 6 semanas a un marchitamiento total y a la muerte de las plantas.

15. Una parte de la tierra se trató, antes de ser plantada con los plantones de claveles, con preparados de los mencionados materiales activos. Estos preparados de material activo se obtuvieron disolviendo una cantidad determinada del material activo en una mezcla de 9 partes en peso de acetona y 1 parte en peso de nonilfenol-poliglicóléter y diluyendo este concentrado con agua.

20. 250 ml de este preparado se vertieron cada vez sobre 1000 ml de tierra. El preparado contenía tanto material activo de manera que en la tierra hubiese una concentración de material activo - de 100 mg de material activo por m³ de tierra. Las - plantas que se criaron en la tierra así tratada no - mostraron ataque alguno o sólo de forma muy reducida.

30. Al hacer una comparación de la -

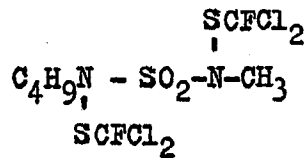
336862



- longitud y el peso de las plantas de clavel, que no se habian infestado ni se habian tratado con el preparado, con aquéllos claveles que se habian inoculado así como tratado también con los mencionados preparados mediante riego, se demostró que en la mayoría de los casos tenian tanto una longitud media igual y hasta superior como también un peso igual o hasta superior. El estado de las plantas era por lo tanto, en la inoculación, igual de bueno que en las plantas de control sin tratar y sin infestar.

10.

Ejemplo 1



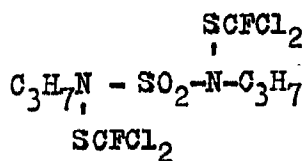
- 8 g de N-butil-N'-metilsulfamida se disolvieron bajo adición de 17 g de cloruro de fluordiclorometanosulfenilo en 100 ml de benceno y a temperatura ambiente se mezcló con 11 g de trietilamina. Subió así la temperatura a unos 35°C. Se separó por filtración el hidrocioruro de trietilamina precipitado, la solución bencénica se concentró en vacío y se obtuvo un residuo de 13 g del compuesto de arriba indicado en forma de un residuo oleoso.

20.

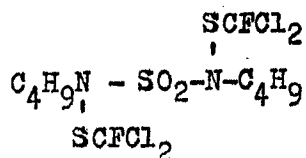
Análisis: Calculado: S 22,2 Cl 32,9
 Hallado : 22,2 30,1

En igual forma se obtiene:

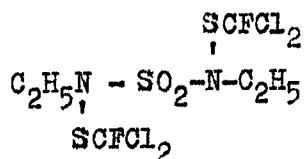
336862



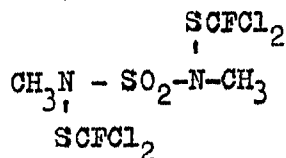
oleoso, Calc.: C 21,5 H 3,1 N 6,3
Enc. : 22,3 3,5 6,7



oleoso, Calc.: C 25,3 H 3,8 N 5,9
Enc. : 26,4 4,0 6,2

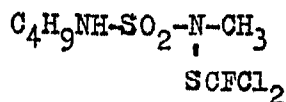


oleoso, Calc.: N 16,7 S 22,9 Cl 33,9
Enc. : 7,3 22,8 31,6



punto de fusión: 80-83°C

Ejemplo 2:



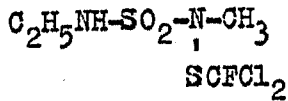
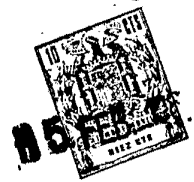
5. 12 g de N-butíl-N'-metilsulfamida se disuelven bajo adición de 11 g de cloruro de fluor diclorometanosulfonilo en 100 ml de benceno y se mezcla con 8 g de trietilamina. La temperatura sube aquí a unos 30°C. La mezcla de reacción se agita con agua, se separa la capa bencénica y después de secar y evaporar el disolvente, se obtienen 13 g del compuesto de arriba indicado en forma de un residuo oleoso.
10. so.

Análisis: Calculado: S 21,5 Cl 23,8

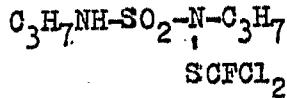
Hallado : 22,3 24,6

En igual forma se obtienen los compuestos:

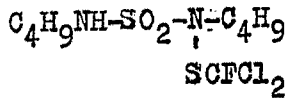
336862



oleoso Calc.: S 23,6 Cl 26,2
Enc. : 23,6 27,3

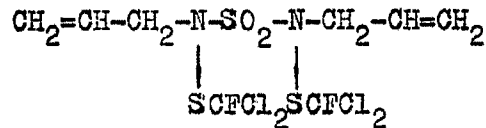


Punto de fusión: 110°C



Punto de fusión: 125°C.

Ejemplo 3



5. 9 g de N,N'-dialilsulfamida se di suelven bajo adición de 11 g de trietilamina en 150 ml de benceno y a temperatura ambiente se mezcla gota a gota con 17 g de cloruro de fluordiclorometanosulfenilo. La temperatura se deja subir aquí hasta 40°C. La solución se agita con agua, se seca la solución benzoica sobre sulfato sódico y después de evaporar el benceno se obtienen 20 g de un residuo oleoso de la constitución arriba indicada. n_D^{20} : 1.5301

N O T A

15. 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 pre

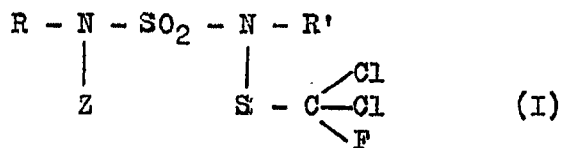
336862

15 FEB.



sentada en Alemania con fecha 17 de febrero de 1.966, bajo el número F 48451 IVb/12 , acogiéndose por 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 Pa tente de Invención por 20 años en España sobre: "PRO CE DI M I E N T O PARA PREPARAR DERIVADOS SULFAMIDICOS DE - EFECTOS FUNGITOXICOS"; caracterizándose por lo siguiente:

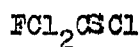
10. 1ª.- Procedimiento para preparar derivados sulfamídicos de efectos fungitóxicos de fórmula general,



15. en la que R y R' significan alquilo o alquenilo, y Z significa hidrógeno o diclorofluormetilmercapto, caracterizado porque las sulfamidas sis us titu í da s de fórmula general,



20. en la que R y R' tienen el significado arriba indicado, se hacen reaccionar en una proporción molar de aproximadamente 1:1, o aproximadamente 1:2 con cloru ro de fluordiclorometanosulfenilo de fórmula,



en presencia de disolventes orgánicos inertes a temperaturas comprendidas entre 0 y 80°C, preferentemenu

336862 15



te entre 20 y 50°C.

5. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolventes orgánicos se emplean benceno, xileno, clorobenceno, dietiléter, dioxano, metanol, butanol y los disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida, dimetilsulfoxido y agua.

10. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque la reacción se efectúa en presencia de un aceptor de ácido.

4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 3, caracterizado porque como aceptor de ácido se emplea trietilamina, piridina, carbonatos alcalinos y los hidróxidos alcalinos.

15. 5ª.- Procedimiento para preparar derivados sulfamídicos de efectos fungitóxicos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20. Esta Memoria consta de dieciocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

15 FEB. 1967

FABRIK FÜR FARBE- UND ANTIKORROSIONSMITTEL BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

L. GOMEZ ACEBO Y MODEI

p. p. Firmador F. Hernández Ruiz