



33 8572

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: JACOB SHORR y MAKHTESHIM CHEMICAL
WORKS LIMITED.

RESIDENCIA: 9, Bialik Street BE'ER SHEVA, ISRAEL y
P.O. Box 60, BE'ER SHEVA, ISRAEL respec
tivamente.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE N-TRICLOROMETILTIOIMIDAS".

Prioridad: Patente n.º del

MS.-

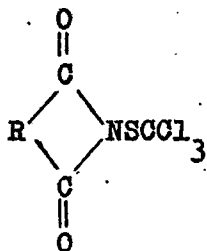
338572



1 Este invento se refiere a un nuevo procedimiento para la preparación de ciertas N-triclorometiltioimididas.

Son conocidas las N-triclorometiltioimididas de fórmula general I

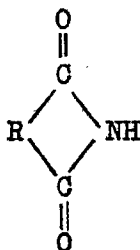
5



10 donde R es un resto orgánico, que poseen propiedades fungicidas y antiparasitarias. (Véase, por ejemplo, patente estadounidense nº 2.553.770).

También son conocidos varios procedimientos para la preparación de imidas de fórmula general I. Uno de los procedimientos más comúnmente utilizados, descrito por ejemplo en la
15 patente estadounidense nº 2.553.770, consiste en disolver un compuesto de fórmula general II

20



25 donde R tiene el mismo significado que antes, en una solución acuosa de un compuesto salino de metal alcalino y hacer reaccionar el producto resultante con cloruro de triclorometilsulfenilo.

No obstante, este procedimiento no es satisfactorio en ciertos aspectos, en particular no como procedimiento para la preparación de N-triclorometiltetrahydroftalimida y de N-tio-
30 triclorometiltalimida, que son las imidas preferidas de fór-

338572



1 mula general I. Así, por ejemplo, los rendimientos obtenidos
por el procedimiento anterior no siempre son buenos; el ajuste
del pH durante el curso de la reacción causa dificultades
y los compuestos preparados por dicho procedimiento no son
5 muy estables.

Por lo tanto, ha sido conveniente poner a punto un procedimiento para la preparación de imidas de fórmula general I, en particular de N-tiotriclorometiltetrahidroftalimida y N-tiotriclorometilftalimida, que diera mejores rendimientos que el procedimiento anterior, en el que el ajuste del pH no causara dificultades y en el que los productos obtenidos fueran más estables.

Ahora se ha hallado que los anteriores objetos pueden conseguirse sustituyendo la solución acuosa alcalina de un hidróxido de metal alcalino del procedimiento anterior por una suspensión acuosa de un hidróxido alcalino-térreo, en particular hidróxido cálcico.

Así, el presente invento consiste en un procedimiento para la preparación de N-triclorometiltioimidas de fórmula general I, en el que se suspende un compuesto de fórmula general II en una suspensión acuosa de un hidróxido alcalino-térreo y a continuación se añade cloruro de triclorometilsulfenilo sobre la suspensión obtenida.

La reacción debe llevarse a cabo a una temperatura comprendida entre -10° y 30°C , preferiblemente a $0-10^{\circ}\text{C}$.

Para obtener un producto estable es conveniente utilizar alrededor de un 15 % en exceso de la cantidad teórica requerida de hidróxido alcalino-térreo.

Con el procedimiento del presente invento no solamente se alcanzan los objetivos indicados más arriba, sino que ade-

338572



1 más posee algunas otras ventajas. Así, el hidróxido cálcico,
que es el hidróxido alcalino-térreo utilizado con preferencia,
es mucho más barato que el hidróxido sódico. Además, la velo-
5 cidad de descomposición del cloruro de triclorometilsulfeni-
lo, provocada por el hidróxido cálcico, es mucho menor que la
provocada por el hidróxido sódico y por lo tanto se requiere
un exceso menor de dicho cloruro de triclorometilsulfénilo.
Como resultado de ello, el compuesto obtenido es más puro y
más estable que el obtenido por el procedimiento conocido y
10 el rendimiento en compuesto deseado aumenta. Además, como el
hidróxido alcalino-térreo se añade en forma de polvo, el vo-
lumen de trabajo requerido por el presente procedimiento se
reduce, en comparación con el del procedimiento conocido.

15 Para suavizar la reacción es conveniente añadir a la so-
lución una pequeña cantidad de un emulsionante.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención, sin li-
mitarla a ellos.

EJEMPLO 1

20 En un matraz redondo provisto de termómetro y agitador,
se colocan 800 ml de agua, previamente enfriada a 2°C. A con-
tinuación se añaden con agitación, mientras se mantiene la
temperatura a 2-6°C, 75 g de tetrahidroftalimida y 21,5 g de
hidróxido cálcico puro (16 % de exceso).

25 La suspensión obtenida se agita durante 15 minutos y
después se añaden 2 ml de un emulsionante (mezcla de iónico y
no iónico) y se continúa agitando durante otros 10 minutos,
manteniendo la temperatura todo el tiempo a 2-6°C.

30 A continuación se añaden gota a gota sobre la suspensión
a lo largo de un periodo de 3 a 5 minutos, 111,5 g de cloruro
de triclorometilsulfénilo técnico, manteniendo la temperatura

338572



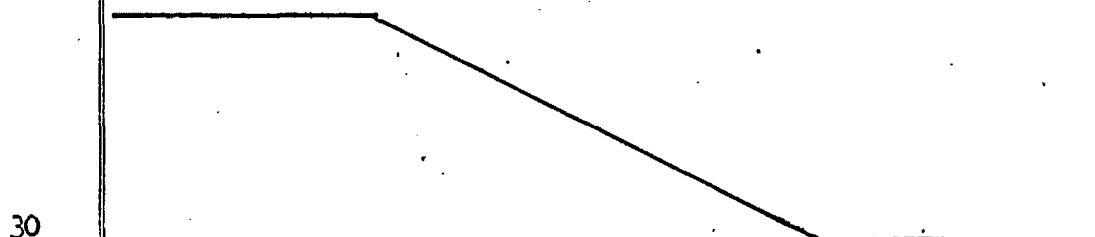
1 a 3-6°C. El precipitado obtenido se separa por filtración y
se lava con agua caliente (unos 60°C) hasta que el pH de las
aguas de lavado es de 6,7-7,0, para dar 150 g de un producto
constituído por el 94 % de N-tiotriclorometiltetrahidroftali-
5 mida. El rendimiento del 94 % se calcula sobre la base de la
tetrahidroftalimida.

EJEMPLO 2

En un matraz redondo provisto de termómetro y agitador,
se colocan 300 ml de agua, enfriada a 2°C. A continuación se
10 añaden con agitación, mientras se mantiene la temperatura a
2°C, 60 g de ftalimida y 17 g de hidróxido cálcico (15 % de
exceso). Después se añaden 1,5 ml de un emulsionante (mezcla
de iónico y no iónico) y se agita la suspensión durante otros
10 minutos, manteniendo la temperatura a 2°C.

15 A continuación se añaden gota a gota sobre la suspen-
sión, a lo largo de un periodo de 3 a 6 minutos, 88 g de clo-
ruro de triclorometilsulfenilo técnico, manteniendo la tempe-
ratura a 4-9°C. El precipitado obtenido se separa por filtra-
ción y se lava con agua caliente (60°C) hasta que el pH de
20 las aguas de lavado es de 6,7-7,0, para dar 115 g de un pro-
ducto constituído por el 89,5 % de N-tiotriclorometilftalimi-
da. El rendimiento del 87 % está calculado sobre la base de
la ftalimida.

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita -
deberá recaer sobre las siguientes:





338572

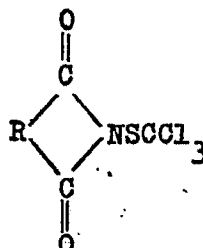
REIVINDICACIONES

28 MAR 1952

1

1. Un procedimiento para la preparación de N-tricloro-
metiltioimidias de fórmula general I

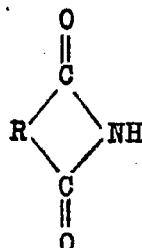
5



10

donde R es un resto orgánico, que consiste en suspender un
compuesto de fórmula general II

15



donde R tiene el mismo significado anterior, en una suspen-
sión acuosa de un hidróxido alcalino-térreo y añadir después
a la suspensión obtenida cloruro de triclorometilsulfenilo.

20

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el
que la reacción se lleva a cabo entre -10° y 30°C.

3. Un procedimiento según la Reivindicación 2, en el
que la reacción se lleva a cabo a 0-10°C.

25

4. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindi-
caciones 1 a 3, en el que se emplea alrededor de un 15 % de
exceso de hidróxido de metal alcalino-térreo.

5. Un procedimiento según la Reivindicación 4, en el
que el hidróxido alcalino-térreo utilizado es hidróxido cálcico.

30

6. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindi-
caciones 1 a 5, en el que se añade a la mezcla de reacción

338572



28 MAR

1

5

10

15

20

25

30

una pequeña cantidad de emulsionante.

7. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 6, en el que el compuesto de fórmula general II utilizado es tetrahidroftalimida.

8. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 6, en el que el compuesto de fórmula general II utilizado es ftalimida.

8. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE N-TRICLOROMETILTIOIMIDAS".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de siete páginas mecanografiadas.

Madrid, 28 Marzo, 1967

BERNARDO UNGRIA

P.P.