



1970

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE 07	A01
SUBCLASE e	N

385220

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: I.P.I.C.I. S.p.A. Industria Prodotti
Chimici.

RESIDENCIA: Via Guastalla 5, MILAN, Italia.

ENUNCIADO: "UN METODO DE PREPARACION DE 3,5-

BINITRO-4-HEXAMETILENIMINO-BENZOTRI

FLUORURO".

Prioridad: Patente italiana n.º. 24130 A/69 del 8-11-69

ES

-1-

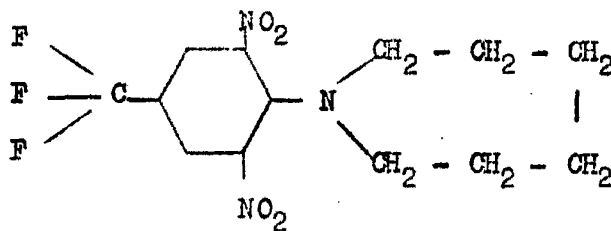
BAD ORIGINAL

- 2 -
385220



1 RESUMEN DE LA INVENCIÓN

Se describe un nuevo herbicida, que corresponde al nombre químico 3,5-binitro-4-hexametilenamino-benzotrifluoruro y tiene la siguiente fórmula :



10 El compuesto tiene un punto de fusión de 94-97°C y encuentra aplicación específica en la descripción de pestes vegetales que infectan los campos de algodón. También puede ser utilizado para destruir las malas hierbas en la soja, tomate, campos de remolacha y también en los huertos de frutales. La dosis generalmente recomendada es 2,7 litros de solución acuosa al 30 % del compuesto por hectárea (aproximadamente 0,29 galones US por acre). Se describe también un procedimiento para la preparación del compuesto en cuestión.

15 ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

20 Esta invención se refiere en general al campo de los herbicidas y, más especialmente, a los destructores de malas hierbas que están especialmente adaptados para destruir las pestes vegetales en los campos de algodón.

25 El nuevo herbicida de esta invención es un destructor de malas hierbas del tipo selectivo de pre-emergencia, que debe ser utilizado por absorción por el terreno agrícola contra las pestes gramíneas y dicotiledóneas, como Sorghum halepense, Sorghum vulgare, Setaria sp. Digitaria sp. Brassica tectorum, etc.

30 El nuevo herbicida de la presente invención encuen-

385220



NOV. 1970

1 tra también aplicación útil, además de en los algodones,
en los cultivos de soja, tomate, remolacha y también en
los huertos de frutales.

OBJETOS DE LA INVENCION

5 Un objeto primario de esta invención es propor-
cionar un nuevo herbicida, barato y eficiente, para uso en
la destrucción de las plagas vegetales que infectan los
campos de algodón y otros cultivos de importancia indus-
trial.

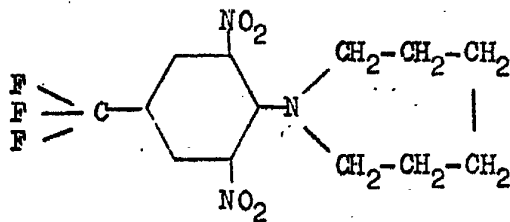
10 Otro objeto de la presente invención es proporcio-
nar un método para la preparación del nuevo herbicida an-
tes indicado.

Otro objeto de la presente invención es indicar la
forma preferente de empleo del nuevo herbicida en cuestión
15 en el campo agrícola práctico.

COMPENDIO DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a un nuevo compuesto quí-
mico, a saber 3,5-binitro-4-hexametilenimino-benzotrifluo-
ruro, y al método para su preparación. El compuesto en
20 cuestión es útil para destruir las malas hierbas ya que su
acción fitotóxica es desplegada sobre las monocotiledóneas
y las dicotiledóneas herbáceas: algunas especies de plagas
vegetales que son combatidas con éxito por el compuesto de
la presente invención han sido enumeradas anteriormente.

25 El compuesto en cuestión responde a la siguiente
fórmula estructural:





1 y puede ser preparado por reacción de 3,5-binitro-4-cloro-
benzotrifluoruro con hexametenimina (las sustancias reac-
cionantes pueden ser disueltas en un medio de reacción o
no), en presencia de un aceptor de cloruro de hidrógeno y
5 a una temperatura comprendida entre 20°C y 100°C.

Como medio de reacción puede utilizarse un disol-
vente inerte no polar, como benceno, tolueno, xileno o tam-
bién metanol, etanol, propanol, isobutanol o agua, sólo o
mezclados con los disolventes antes sugeridos.

10 El aceptor de cloruro de hidrógeno puede ser selec-
cionado entre algunas bases inorgánicas: como alternativa,
como se ha indicado anteriormente, la propia hexameten-
imina empleada en la reacción puede actuar también como
aceptor de ácido. Las bases inorgánicas y sus sales que
15 es posible emplear para reaccionar con el cloruro de hi-
drógeno desprendido en la reacción pueden ser, por ejemplo,
hidróxido sódico, carbonato sódico, hidróxido potásico,
carbonato potásico, trifosfato sódico y similares.

20 Cuando se emplea como único aceptor del cloruro
de hidrógeno la hexametenimina, debe emplearse en la
reacción en una cantidad que sea el doble de la cantidad
teóricamente requerida. Sin embargo, este hecho implicaría
un procedimiento más costoso, ya que la recuperación del
hidrocloruro de hexametenimina, formado en el transcurso
25 de la reacción, resulta totalmente necesaria teniendo en
cuenta los costes.

Las temperaturas de reacción están comprendidas en-
tre 20° y 100°C, según el disolvente utilizado en la reac-
ción. Los siguientes ejemplos ilustrarán la selección de
30

385220



NOV. 1970

1 las diversas temperaturas. El 3,5-binitro-4-hexametilenimi-
no-benzotrifluoruro, obtenido por el método de la presente
invención, tiene un grado de pureza extraordinariamente ele-
vado, que supera el 98 % y puede ser empleado como tal pa-
5 ra la destrucción de malas hierbas, sin someterlo a ningun-
a otra operación de purificación.

Los rendimientos de la reacción son extraordinaria-
mente altos y oscilan entre 94 y 98 %, según los procedi-
mientos utilizados en la manufactura práctica.

10 Los siguientes ejemplos se dan solamente con fines
ilustrativos, con objeto de elucidar más claramente la apli-
cación práctica del método de preparación y no deben ser
considerados como limitaciones de su alcance en modo algu-
no.

15

EJEMPLO 1

20

25

30

Un matraz de 1000 ml, introducido en un baño de
agua y provisto de agitador mecánico, termómetro, embudo
de decantación y condensador de reflujo, se carga con 550
ml de metanol y 270,5 g de 3,5-binitro-4-cloro-benzotrifluo-
ruro. La masa de reacción se calienta a 40°C y se añaden
gota a gota 198 g de hexametenimina, durante un periodo
de 3 horas, manteniendo mientras tanto la temperatura en-
tre 40° y 45°C. Una vez completada esta etapa, la masa se
refluje suavemente durante 2 horas y después se deja enfriar
a 15°C. El hidrocloreuro de hexametenimina formado en la
reacción se recoge en un filtro y se lava en un embudo Büch-
ner con 30 ml de metanol frío, después de lo cual el meta-
nol se separa por destilación bajo una presión absoluta de
200-250 mm de mercurio hasta que se han recuperado alrede-
dor de 450 ml del metanol empleado en toda la reacción. En

385220



1970

1 este momento, se añaden gota a gota, con agitación, 500 ml de agua. De esta forma se obtiene una suspensión cristalina que se recoge en un filtro y se lava repetidamente con 200 ml de agua.

5 Se obtienen 314 g de 3,5-binitro-4-hexametilenimino-benzotrifluoruro, con un rendimiento del 94,3 %. El producto es un sólido cristalino rojo anaranjado.

El análisis es:

Punto de fusión: 95-96,5°C

10 Pureza por cromatografía gaseosa: 98,9 %

3,5-binitro-4-cloro-benzotrifluoruro sin reaccionar: 0,9 % en peso.

EJEMPLO 2

15 Se emplea el mismo aparato descrito en el Ejemplo 1 y el matraz se carga con 540 g de agua en la que se han disuelto 40,5 g de lentejas de hidróxido sódico. Una vez completada la disolución, la masa se enfría a 20°C y la solución se suplementa con 271 g de 3,5-binitro-4-cloro-benzotrifluoruro, después de lo cual se añaden gota a gota, 20 99 g de hexametilenimina durante 3 horas, a 20°C y con refrigeración.

A continuación la masa se calienta suavemente a 80°C durante 2 horas y se obtiene una masa fundida rojo anaranjada, insoluble en agua.

25 La masa se neutraliza a pH 7 con ácido clorhídrico y se enfría lentamente para obtener un producto cristalino. El 3,5-binitro-4-hexametilenimino-benzotrifluoruro se separa por filtración y se seca.

30 Se obtienen 321 g de producto, correspondientes a un rendimiento del 96,4 %.

385220



NOV. 1970

1

El análisis es:

Punto de fusión: 96-97°C

Pureza por cromatografía gaseosa: 99,1 %

5

3,5-binitro-4-cloro-benzotrifluoruro sin reaccionar: 0,6 % en peso.

EJEMPLO 3

10

Se emplea el mismo aparato del Ejemplo 1 y el matraz de reacción se carga con 250 g de agua y 54 g de carbonato sódico. Una vez completada la disolución, se añaden 300 ml de benceno y 271 g de 3,5-binitro-4-cloro-benzotrifluoruro.

15

Ahora se agita la masa intensamente y se añaden gota a gota 99 g de hexametenimina, durante 3 horas, manteniendo la temperatura entre 20° y 25°C. Una vez completada la adición gota a gota, la masa se refluxe durante 3 horas más y después se deja enfriar a 20°C. Se obtienen dos capas discretas: la capa bencénica contiene 3,5-binitro-4-hexametenimino-benzotrifluoruro, mientras que la capa acuosa contiene el cloruro sódico formado en la reacción. Las dos capas se separan en un embudo de separación y la capa orgánica se lava con 300 ml de agua y se neutraliza con algunas gotas de ácido clorhídrico, después de lo cual se destila hasta sequedad bajo un ligero vacío.

20

25

Finalmente se obtiene una sustancia fundida que se deja solidificar.

Se obtienen 326 g de 3,5-binitro-4-hexametenimino-benzotrifluoruro, que corresponde a un rendimiento del 97,9 %.

30

El análisis es:



385220

1

5

10

15

20

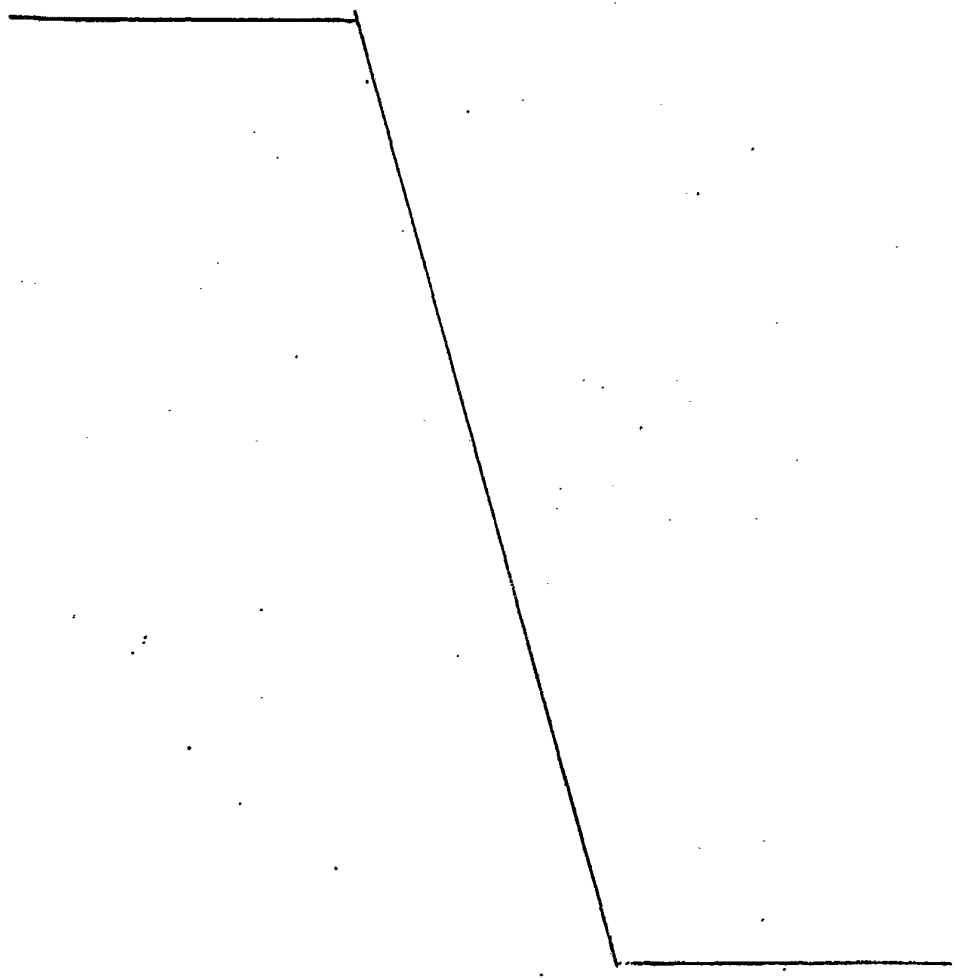
25

30

Punto de fusión: 94-97°C
Pureza por cromatografía gaseosa: 98,2 %
3,5-binitro-4-cloro-benzotrifluoruro sin reaccionar: 1,6 % en peso.

Los ensayos realizados en algodónes han dado notables resultados en la destrucción de infestaciones vegetales. La dosis que se recomienda generalmente es de 2,7 litros de una solución acuosa al 30 % del compuesto aquí descrito por hectárea: esta medida corresponde aproximadamente a 0,29 galones US por acre.

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



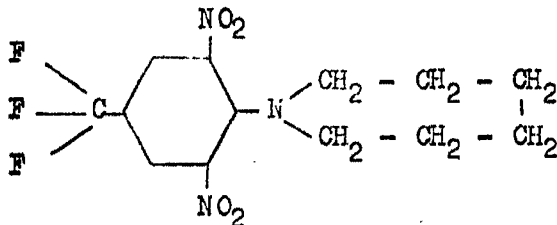
385220



NOV. 1970

REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación de 3,5-binitro-4-hexametilenimino-benzotrifluoruro que responde a la siguiente fórmula estructural:



cuyo método está caracterizado por hacer reaccionar entre sí hexametenimina y 3,5-binitro-4-cloro-benzotrifluoruro.

2. Un método según la Reivindicación 1, caracterizado porque la reacción tiene lugar en presencia de un aceptor de cloruro de hidrógeno, seleccionado entre el grupo formado por las siguientes bases inorgánicas: hidróxido sódico, carbonato sódico, carbonato potásico, hidróxido potásico y trifosfato sódico.

3. Un método según la Reivindicación 1, caracterizado por emplear como aceptor de cloruro de hidrógeno la misma hexametenimina básica utilizada para la reacción, en una cantidad en peso que es el doble de la cantidad teórica.

4. Un método según la Reivindicación 1, caracterizado porque el medio de reacción es un disolvente inerte no polar como benceno, tolueno, xileno, metanol, etanol, propanol, isobutanol o agua sola o agua mezclada con cualquiera de los disolventes antes enumerados.

5. Un método según la Reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de reacción está comprendida entre 20° y 100°C.

6. Se reivindica por último como objeto sobre el

1

5

10

15

20

25

30

385220



NOV. 1970

1 que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
"UN METODO DE PREPARACION DE 3,5-BINITRO-4-HEXAMETILENIMINO
-BENZOTRIFLUORURO".

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

Madrid, 5 de noviembre de 1970

BERNARDO UNGRIA

P.D.

10

15

20

25

30