

438466

438466

PATENTE DE INTRODUCCION

DE LOS PRODUCTOS QUE SE INDICAN EN EL TITULO DE ESTA PATENTE, EN VIRTUD DE LA LEY DE PATENTES DE 1908, EN SU ARTICULO 1.º

por **DIEZ AÑOS**

cuyo privilegio se solicita para España, sus territorios y plazas de soberanía, a favor de:

D. JORGE SOLER I'ORZOLIU

de nacionalidad española, domiciliado en Badalona (Barcelona), Edificio San Jorge Bloque 12, relativa a:

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE DERIVADOS DEL ACIDO SIACARMINICO"

**POOR
QUALITY**

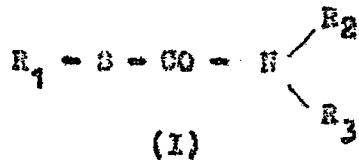
Int. Cl.: PO7C/1A01N

INVENCIÓN INICIALIZADA

La presente invención se refiere, conforme se indica en su enunciado, a un procedimiento de preparación de derivados del ácido tiocarbámico, entre los cuales se cuentan herbicidas muy eficaces. - - - - -

5.

Concretamente el procedimiento en cuestión se refiere a la preparación de compuestos de fórmula general - - - - -



en la cual: - - - - -

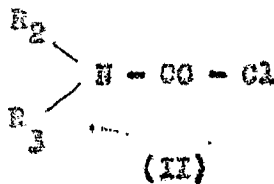
10.

R_1 , representa un radical alquilo. - - - - -

R_2 y R_3 , representan grupos alquilo, iguales, diferentes o incluso unidos formando un anillo de cinco átomos de carbono. - - - - -

15.

La invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de derivados del ácido tiocarbámico, de fórmula general (I), que se caracteriza porque se hace reaccionar un alquil carbamoyl cloruro, de fórmula - - - - -

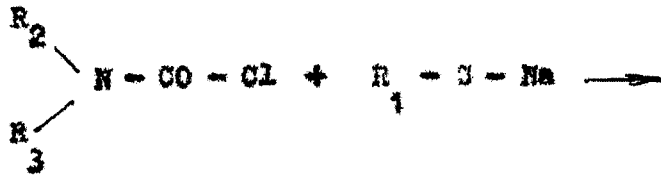


en la que R₂ y R₃ tienen el mismo significado que anteriormente, con la sal sódica de un mercaptan, de fórmula



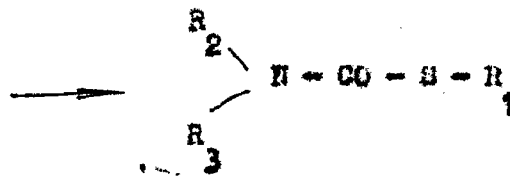
(III)

5. en la cual R₁ tiene el significado antes citado, según la siguiente reacción:



(II)

(III)



(I)

10. De acuerdo con la invención se puede utilizar un hidrocarburo como medio de reacción, y trabajar a una temperatura comprendida entre 40 y 180°C, pudiendo utilizarse, para mayor comodidad la temperatura de reflujo, para lo que se elige un hidrocarburo de punto de ebullición adecuado. - - - - -

También, según la invención, la sal sódica del mercaptan puede obtenerse, finamente dividida, en suspensión en un hidrocarburo, y usarla directamente en la reacción. - - - -

Una vez finalizada la reacción, se enfría y se elimina el cloruro sódico formado por filtración, se elimina el disolvente por destilación al vacío y el producto obtenido puede rectificarse al vacío. - - - - -

5. Para facilitar la comprensión de las precedentes ideas se describen seguidamente unos ejemplos de realización del presente procedimiento, los cuales, dado su carácter meramente ilustrativo, deberán ser considerados como desprovistos de todo alcance limitativo respecto a la protección legal que se solicita. - - - - -
- 10.

EJEMPLO I

- Se disперean 16,9 partes de sodio en xileno, hasta obtener partículas de muy pequeño diámetro, se hace borbotear nitrógeno por esta solución y se añade una solución de 50 partes de etilmercaptan en 66 partes de xileno en unos 30 minutos. La temperatura se mantiene, por refrigeración, entre 25 y 35°. Se obtiene la sal sódica del etilmercaptan en forma finamente dividida. Se calienta la mezcla hasta un refluje suave y se añaden 120 partes de di-n-propilcarbamil cloruro en unos 17 minutos. El calor de reacción es suficiente para mantener el refluje. Se continúa el refluje durante tres horas más. Se enfría la mezcla, se filtra el cloruro sódico formado y se destila el disolvente al vacío. El líquido residual se rectifica al vacío para dar 125,5 partes de
- 15.
- 20.
- 25.
- H,N-di-n-propilcarbomato de etilo. Punto de ebullición, a 31,5 mm. Hg., 135,5/137°C. - - - - -

EJEMPLO II

5. Se procede igual que en el ejemplo anterior, pero usando 2,3 partes de sodio, 25 partes de metilmercaptan y 19,2 partes de di-n-butilcarbamil cloruro. Se obtienen 13,9 partes de N,N-di-n-butiltiocarbamato de metilo. Punto de ebullición, a 20 mm. Hg., 144/146°C. Hay que hacer notar en este caso que la reacción del metilmercaptan con la dispersión de sodio debe hacerse con las precauciones usuales, para que no reaccione metilmercaptan sin reaccionar. - - - - -

10. EJEMPLO III

15. Se procede igual que en el ejemplo I, usando 3,45 partes de sodio, 14,3 partes de 2-propanotiol y 22,1 partes de N,N-pentametilcarbamil cloruro. Se obtienen 12,7 partes de N,N-pentametilentiocarbamato de isopropilo. Punto de ebullición, a 17 mm. Hg., 138/138,2°C. - - - - -

20. Describas convenientemente las características de la invención, se hace constar que en la misma se podrá introducir cuantas variantes de detalle pueda aconsejar la experiencia, siempre que con ello no se modifique la esencialidad de la misma, que es la que se resume y concreta en las reivindicaciones que siguen. - - - - -

H O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

REIVINDICACIONES

5. 1.- Procedimiento de preparación de derivados del ácido tiocarbámico, concretamente de los que responden a la fórmula I definida en esta memoria descriptiva, caracterizado porque se hace reaccionar un alquil carbamóil cloruro, de fórmula general II, con la sal sódica de un mercaptan, de fórmula general III, ambas definidas en la presente memoria descriptiva. - - - - -

10. 2.- Procedimiento de preparación de derivados del ácido tiocarbámico, según la anterior reivindicación, caracterizado porque se utiliza como medio de la reacción un hidrocarburo, bien sea solo o mezclado con otros. - - - - -

15. 3.- Procedimiento de preparación de derivados del ácido tiocarbámico, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque la reacción se efectúa a temperaturas comprendidas entre 20 y 180°C, trabajando, preferentemente, a reflujo. - - - - -

20. 4.- Procedimiento de preparación de derivados del ácido tiocarbámico, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque se obtiene finamente dividida la sal sódica del mercaptan en forma de suspensión en un hidrocarburo, con el fin de usar dicha suspensión para hacerla reaccionar directamente con el alquilcarbamóilcloruro. - - - - -

25. 5.- "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE DERIVADOS DEL ACIDO TIOCARBAMICO". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de siete hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 12 JUN 1977

P. A. M. CORELLA SUÑER

