

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

61373

Patent dodatkowy
do patentu _____

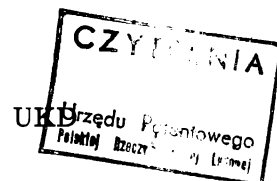
Zgłoszono: 23. XI. 1966 (P 117 542)

Pierwszeństwo: 13. XII. 1965 Szwajcaria

Opublikowano: 30. XI. 1970

Kl. 12 o, 14

MKP C 07 c, 69/76



Właściciel patentu: Agripat S. A., Bazylea (Szwajcaria)

Sposób wytwarzania nowego estru izopropylowego kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoilowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowego estru izopropylowego kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoilowego.

Z szwajcarskiego opisu patentowego nr 294 599 znane są estry kwasu 4,4'-dwuchlorodwubenzoilowego i ich zastosowanie do zwalczania pajęczaków i owadów. Estry te są jednak dość silnie toksyczne dla organizmów ciepłokrwistych, a w stosunku do roślin uprawnych, np. w ogrodnictwie, wykazują trujące działanie na rośliny. Oprócz tego, po dłuższym zastosowaniu estry te powodują u różnych pajęczaków powstanie wyraźnych objawów uodpornienia.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że ester izopropylowy kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoilowego nadaje się znacznie lepiej do zwalczania pajęczaków i owadów, jak również ich wcześniejszych stadiów rozwojowych. Ester ten ma równocześnie mniejszą toksyczność w stosunku do organizmów ciepłokrwistych i na przykład DL_{50} dla szczurów wynosi ponad 5000 mg tego estru na kg wagi ciała, podczas gdy dawka toksyczna znanego estru etylowego kwasu 4,4'-dwuchlorodwubenzoilowego wynosi 2200 mg na kg wagi ciała. Znane jako akarycydy substancje, takie jak ester etylowy i ester izopropylowy kwasu 4,4'-dwuchlorodwubenzoilowego wykazują już w powszechnie stosowanych stężeniach trujące działanie na różne drzewa owocowe, jak np. drzewa brzoskwiniowe, śliwy i jabłonie, natomiast drzewa te nawet po czterokrotnym

2

zastosowaniu 0,05% zawiesiny estru izopropylowego kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoilowego nie ponoszą żadnej szkody.

Nowy ester izopropylowy kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoilowego stosuje się między innymi do zwalczania normalnie wrażliwych oraz odpornych roztoczy na roślinach i u zwierząt. Szczególnie silnie działa nowy związek przeciwko przedziorkowatym (Tetranychidae), zabijając nie tylko ich stadia ruchome, takie jak larwy, protonimfy, deutonimfy i jednostki dorosłe, lecz także stadia międzyruchowe (Nymphochrysalis, Deutochrysalis, Teileiochrysalis), a w szczególności jaja.

Sposobem według wynalazku ester izopropylowy kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoilowego wytwarza się na drodze estryfikacji kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoilowego izopropanolem w obecności kwasu lub halogenkiem izopropylowym w obecności zasady i ewentualnie w środowisku rozpuszczalnika obojętnego wobec reagentów. Jako rozpuszczalnik stosuje się korzystnie benzen lub jego pochodne albo homologi, np. toluen, a jeżeli estryfikację prowadzi się za pomocą halogenku izopropylowego, wówczas jako rozpuszczalnik stosuje się zwłaszcza dwumetyloformamid lub dioksan. Reakcję prowadzi się korzystnie w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej pod chłodnicą zwrotną, ale przebiega ona również i w temperaturze niższej np. 20–60°C tym wolniej, im niższa jest temperatura. Wytwo-

rzony ester jest ciałem stałym o budowie krystalicznej i topnieje w temperaturze 76—79°C.

Stosowany jako produkt wyjściowy kwas 4,4'-dwubromodwubenzoiłowy wytwarza się przez reakcję 4,4'-dwubromobenzoiłu z alkoholowym roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego.

Wynalazek jest bliżej wyjaśniony w niżej podanych przykładach. W przykładach tych, o ile nie zaznaczono inaczej, części oznaczają części wagowe.

Przykład I. 15 części kwasu 4,4'-dwubromobenzoiłowego, otrzymanego przez reakcję 4,4'-dwubromobenzoiłu z alkoholowym roztworem wodorotlenku sodowego i 2,2 części sproszkowanego wodorotlenku potasowego rozpuszcza się ogrzewając w 150 częściach objętościowych dwumetyloformamidu. Do otrzymanego roztworu wkrapla się mieszając 6,6 części jodku izopropylowego i mieszając utrzymuje w temperaturze 55—60°C. Następnie mieszaninę poreakcyjną, otrzymaną w postaci zawiesiny, wlewa się do lodowatej wody, odsącza utworzony osad, przemywa go wodą do odczynu obojętnego i suszy. Przekrystalizowany z eteru naftowego ester izopropylowy kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoiłowego topnieje w temperaturze 76—79°C.

Stosując zamiast 6,6 części jodku izopropylowego

3, 4 części chlorku izopropylowego otrzymuje się również ester izopropylowy kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoiłowego o temperaturze topnienia 76—79°C.

Przykład II. Do roztworu 123,5 części kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoiłowego w 300 częściach bezwodnego benzenu dodaje się 1,08 części stężonego kwasu siarkowego i 47 części izopropanolu. Roztwór utrzymuje się w ciągu 25 godzin w stanie wrzenia pod chłodnicą zwrotną z oddzielaczem wody. Następnie mieszaninę poreakcyjną przemywa się wodą do odczynu obojętnego, suszy nad siarczanem sodowym i oddestylowuje rozpuszczalnik. Krystaliczną pozostałość przekrystalizowuje się z eteru naftowego, otrzymując ester izopropylowy kwasu 4,4'-dwubromobenzoiłowego o temperaturze topnienia 76—79°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowego estru izopropylowego kwasu 4,4'-dwubromodwubenzoiłowego, **znamienny tym**, że kwas 4,4'-dwubromodwubenzoiłowy estryfikuje się izopropanolem w obecności kwasu lub halogenkiem izopropylowym w obecności zasady i ewentualnie w środowisku rozpuszczalnika obojętnego wobec reagentów.