

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

81359

Patent dodatkowy  
do patentu

Zgłoszono: 18.09.1970 (P. 143294)

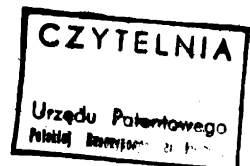
Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 10.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1975

Kl. 12q, 6/02  
12o, 16

MKP C07c 101/72  
C07c 103/30



Twórcy wynalazku: Teruhisa Noguchi, Mitsuo Asada, Reiji Sakimoto,  
Koichi Hashimoto

Uprawniony z patentu: Nippon Soda Company Limited, Tokio (Japonia)

## Sposób wytwarzania nowych pochodnych kwasów benzohydroksamowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych pochodnych kwasów benzohydroksamowych o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza rodnik alkilowy o 1–4 atomach węgla lub rodnik alkenylowy o 2–4 atomach węgla, X oznacza atom wodoru, grupę metoksyową lub atom chlorowca, a Y oznacza rodnik fenyłowy, ewentualnie podstawiony rodnikiem metylowym, atomem chlorowca lub grupą nitrową. Związki te mają silne właściwości roztoczobójcze.

Sposobem według wynalazku związki o ogólnym wzorze 1, w którym R, X i Y mają wyżej podane znaczenie, wytwarza się przez reakcję związku o ogólnym wzorze 2, w którym R i X mają wyżej podane znaczenie, ze związkiem o ogólnym wzorze 3, w którym Y ma wyżej podane znaczenie, z dodatkiem zasady. Reakcję prowadzi się zwykle w środowisku obojętnego rozpuszczalnika w temperaturze około  $-20^{\circ}\text{C}$  do  $100^{\circ}\text{C}$ , w ciągu 2–10 godzin. Jeżeli jako zasadę stosuje się wodorotlenek metalu alkalicznego, taki jak wodorotlenek sodowy lub potasowy, wówczas reakcję prowadzi się korzystnie w środowisku obojętnego rozpuszczalnika, takiego jak aceton, keton metyloetylowy, chloroform, cykloheksanon, acetonitryl lub czterowodorofuran, w temperaturze około  $-20^{\circ}$ – $0^{\circ}\text{C}$ . Woda wpływa niekorzystnie na wydajność reakcji, toteż ogólnie biorąc należy unikać dodawania wody do mieszaniny reakcyjnej, chociaż w razie potrzeby można stosować małą ilość wody, na przykład w celu rozpuszczenia wodorotlenku metalu alkalicznego. Korzystnie jest również dodawać niewielką ilość związku aminowego, na przykład trójetyloaminy, jako katalizatora.

Po zakończeniu reakcji produkt wyodrębnia się z mieszaniny reakcyjnej znanymi sposobami, na przykład przy stosowaniu rozpuszczalnika mieszającego się z wodą oddestylowuje się ten rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem i pozostałość rozpuszcza w niepolarnym lub słabopolarnym rozpuszczalniku i wodnym roztworze wodorotlenku sodowego. Jeżeli zaś reakcję prowadzi się w niepolarnym lub słabopolarnym rozpuszczalniku wówczas do mieszaniny reakcyjnej dodaje się wodnego roztworu wodorotlenku sodowego. Dalsze postępowanie jest w obu tych przypadkach jednakowe mianowicie mieszaninę składającą się z roztworu produktu o wzorze 1 w niepolarnym lub słabopolarnym rozpuszczalniku i wodnego roztworu wodorotlenku sodowego wytrąca się, przy czym nie przereagowane produkty wyjściowe i kwasy organiczne stanowiące produkty uboczne

rozpuszczają się w warstwie wodorotlenku sodowego. Następnie oddziela się warstwę organiczną i oddestylowuje rozpuszczalnik, otrzymując związek o wzorze 1 w postaci kryształów o czystości powyżej 85%.

**Przykład 1.** Do mieszaniny roztworu 88,8 g (3,42 mola) estru etylowego kwasu 3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego i 4,4 g (0,0439 mola) trójetiloaminy w 1 litrze chloroformu i 34,2 g (0,410 mola) 40% roztworu wodnego wodorotlenku sodowego wkrapla się mieszając w ciągu około 1/2 godziny w temperaturze  $-10^{\circ}\text{C}$  4,81 g (3,42 mola) chlorku benzoilu i miesza w tej temperaturze w ciągu 2 godzin. Po zakończeniu reakcji podwyższa się stopniowo temperaturę mieszaniny do temperatury pokojowej, oddziela się warstwę wodną i do warstwy organicznej dodaje 7 g 48 % roztworu wodorotlenku sodowego i wytrąca w celu rozpuszczenia produktów ubocznych w warstwie wodnej. Następnie oddziela się warstwę chloroformową, suszy i odparowuje, otrzymując 115,6 g krystalicznego produktu. Po przekrystalizowaniu produktu z ksyleny otrzymuje się 100 g czystego estru etylowego kwasu O-benzoilo-3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 4. Produkt topnieje w temperaturze  $69-71^{\circ}\text{C}$ .

W analogiczny sposób wytwarza się następujące związki:

ester metylowy kwasu O-benzoilo-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 5, topniejący w temperaturze  $90-96^{\circ}\text{C}$ ,

ester etylowy kwasu O-benzoilo-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 6, topniejący w temperaturze  $57-63^{\circ}\text{C}$ ,

ester etylowy kwasu O-(4-toluoilo)-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 7, topniejący w temperaturze  $96-98^{\circ}\text{C}$ ,

ester etylowy kwasu O-(4-chlorobenzoilo)-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 8 i o temperaturze topnienia  $106-108^{\circ}\text{C}$ ,

ester etylowy kwasu O-(4-nitrobenzoilo)-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 9 i o temperaturze topnienia  $111-113^{\circ}\text{C}$ ,

ester allilowy kwasu O-benzoilo-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 10 i o temperaturze topnienia  $43-46^{\circ}\text{C}$ .

ester allilowy kwasu O-(4-toluoilo)-2,6-benzohydroksamowego o wzorze 11 i o temperaturze topnienia  $89-91^{\circ}\text{C}$ ,

ester butylowy kwasu O-(4-toluoilo)-3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 12 i o temperaturze topnienia  $79-81^{\circ}\text{C}$ .

ester etylowy kwasu O-benzoilo-2,4,6-trójetoksybenzohydroksamowego o wzorze 13 i o temperaturze topnienia  $90,5-92^{\circ}\text{C}$ ,

ester metylowy kwasu O-benzoilo-3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 14 i o temperaturze topnienia  $68-75^{\circ}\text{C}$ ,

ester metylowy kwasu O-(4-toluoilo)-3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 15 i o temperaturze topnienia  $95-96,5^{\circ}\text{C}$ ,

ester etylowy kwasu O-(4-toluoilo)-3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 16 i o temperaturze topnienia  $85-87^{\circ}\text{C}$ ,

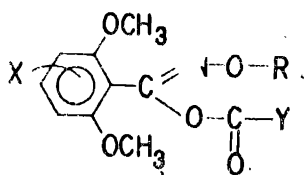
ester allilowy kwasu O-(4-toluoilo)-3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 17 i o temperaturze topnienia  $64-66^{\circ}\text{C}$ ,

ester allilowy kwasu O-(4-toluoilo)-3-chloro-2,6-dwumetoksybenzohydroksamowego o wzorze 18 i o temperaturze topnienia  $54-56^{\circ}\text{C}$ .

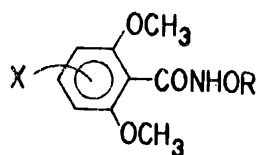
Do skutecznego zwalczania roztoczy i ich jaj stosuje się zwykle małe, lecz efektywne ilości związku o ogólnym wzorze 1, którym opyla się, zrasza lub opryskuje zaatakowaną przez roztocze powierzchnię rośliny. W zależności od tego, w jakiej postaci jest używany środek do zwalczania roztoczy, stosuje się różne ilości substancji czynnej wytworzonej sposobem według wynalazku, na przykład w proszkach dających się zwilżać stosuje się 5–80% wagowych korzystnie 10–60% wagowych, w koncentratkach do tworzenia emulsji 5–70% wagowych, korzystnie 10–50% wagowych związku o ogólnym wzorze 1. Natomiast środek w postaci pyłu zawiera 0,5–10% wagowych, korzystnie 1–5% wagowych związku.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych pochodnych kwasów benzohydroksamowych o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza rodnik alkilowy o 1–4 atomach węgla lub rodnik alkenylowy o 2–4 atomach węgla, X oznacza atom wodoru, grupę metoksyową lub atom chlorowca, a Y oznacza rodnik fenyłowy, ewentualnie podstawiony rodnikiem metylowym, atomem chlorowca lub grupą nitrową, z n a m i e n n y t y m, że związek o ogólnym wzorze 2, w którym R i X mają wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji ze związkiem o ogólnym wzorze 3, w którym Y ma wyżej podane znaczenie.



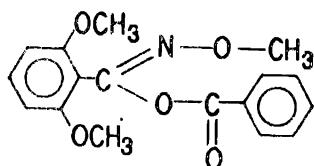
Wzór 1



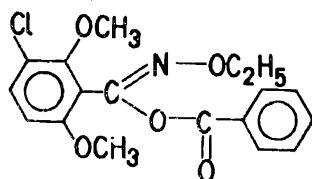
Wzór 2

ClCOY

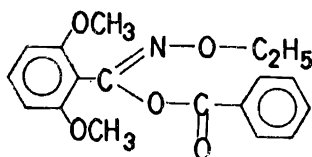
Wzór 3



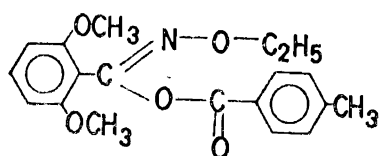
Wzór 5



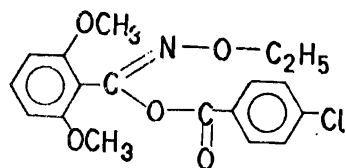
Wzór 4



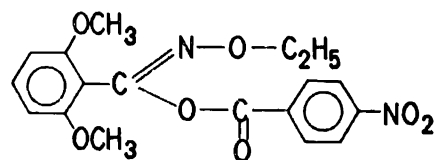
Wzór 6



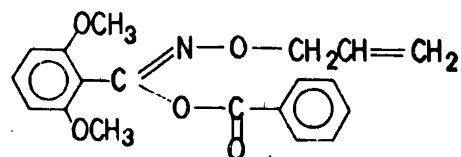
Wzór 7



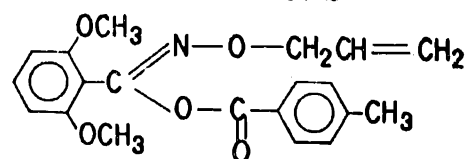
Wzór 8



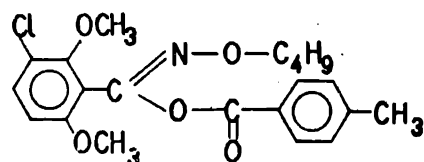
Wzór 9



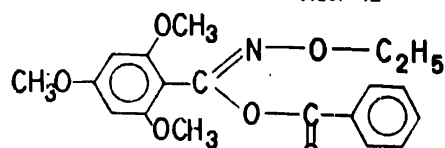
Wzór 10



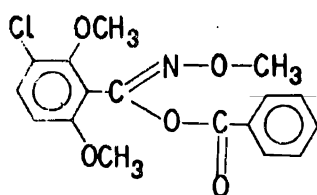
Wzór 11



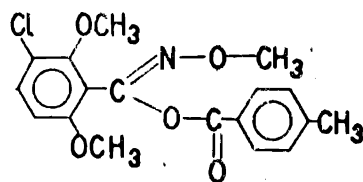
Wzór 12



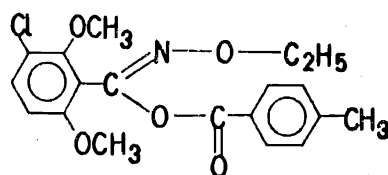
Wzór 13



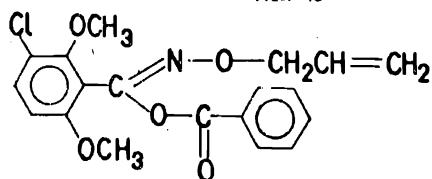
Wzór 14



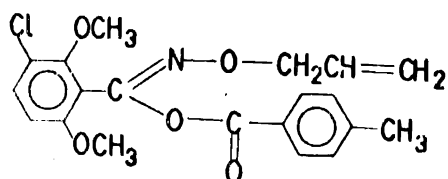
Wzór 15



Wzór 16



Wzór 17



Wzór 18

