

CASE 5438/E

310679



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE HIDROXIFENIL-
-1,3,5-TRIAZINAS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE
ANONYME, domiciliada en Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevas hidroxi-
fenil-1,3,5-triazinas valiosas, que corresponden verbigracia
al compuesto de la fórmula

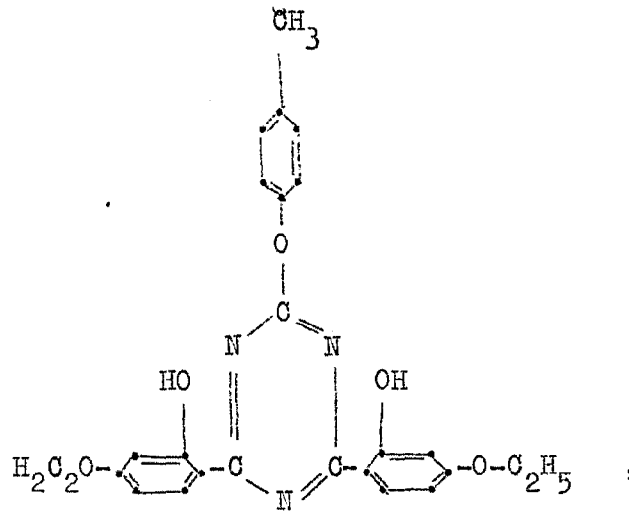
**POOR
QUALITY**



5.

(1)

10.

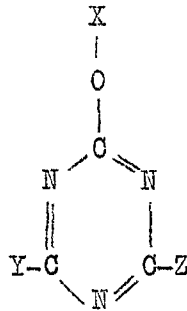


15.

de la fórmula

20.

(2)



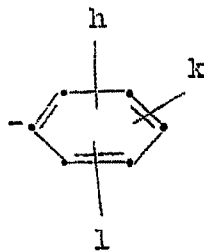
25. en la que X representa un átomo de hidrógeno o un radical orgánico enlazado al átomo de oxígeno con un átomo de carbono; Y significa un radical bencénico enlazado al anillo triazínico



Son ventajosos como radical es X, por ejemplo, los grupos alquílicos con 18 átomos de carbono a lo sumo, como metilo, octilo u octadecilo, grupos fenilalquílicos o alcoxilalquílicos con 12 átomos de carbono a lo sumo, como bencilo, p-clorobencilo, 5. fenilpropilo, los radicales $\text{CH}_3\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2$ o $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2$ o bencénicos de la fórmula

10.

(4)



15.

en la que h y k son iguales o diferentes y representan cada una un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo carboxílico o un grupo alquílico con 12 átomos de carbono a lo sumo, 20. l se halla para un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquílico o fenilalquílico con 12 átomos de carbono a lo sumo, un grupo hidroxílico, carboxílico, carbamílico, nitro, amino, fenílico o ciclohexílico o un grupo alquilamino, carbalcoxi, alcoxi o alquenílico con 8 átomos de carbono a lo 25. sumo. Se citan como ejemplos de tales radicales bencénicos:



MAR. 1965

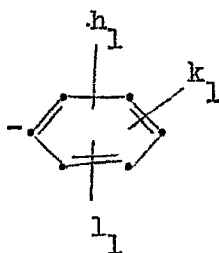
- fenilo, 4-hidroxi-3,5-di-terci butilfenilo, 2-metilfenilo, 4-nonilfenilä, 2-metil-5-isopropilfenilo, 2,4-di-tercibutilfenilo, 2-metoxifenilo, 2-terci butil-4-metoxifenilo, 2-metoxi-4-propilfenilo, 2,4,6-tricarboxifenilo, 4-carboetoxifenilo,
5. 3-dietilaminofenilo, 2-carbamínofenilo, 2,4,5-triclorofenilo, 2,4,6-tribromofenilo, 4-cloro-3,5-dimetilfenilo, 3-nitrofenilo, 3-aminofenilo, 4-ciclohexilfenilo, 4-fenil-fenilo o cumilo.

De especial interés son los compuestos de la fórmula (2),

10. en la que X representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquílico con 12 átomos de carbono a lo sumo o un radical bencénico de la fórmula

15.

(5)

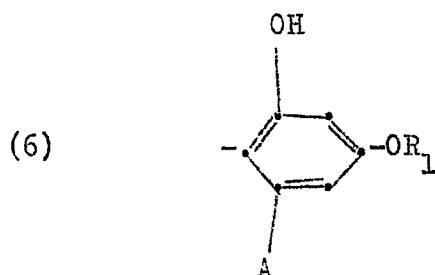


20. en la que h_1 y k_1 son iguales o diferentes y significan cada una un átomo de hidrógeno, de cloro o de bromo o un grupo alquílico con 9 átomos de carbono a lo sumo y l_1 significa un átomo de hidrógeno, de cloro o de bromo, un grupo hidroxílico, carbamílico, fenílico o ciclohexílico o un grupo alcoxi o alquénílico con 4 átomos de carbono a lo sumo.
- 25.



El radical Y en la fórmula (2) puede corresponder por ejemplo al radical de la fórmula

5.



10.

en la que R₁ significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquénico o un grupo alquílico eventualmente substituido ulteriormente o un radical de la fórmula

15.



en la que n se halla para 1 o 2 y D₁ se halla para un grupo alquílico o cicloalquílico o un radical bencénico y A representa un átomo de hidrógeno o un radical -OR₁. Sin embargo, Y también puede representar un radical de la fórmula

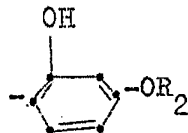
25.

- 7 - 310679



1965

(8)



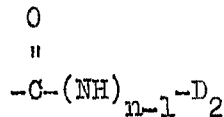
5.

en la que R_2 significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquí-
lico con 18 átomos de carbono a lo sumo eventualmente substi-
tuido ulteriormente con un átomo de cloro, un grupo hidroxíli-
co, ciano, carboxílico, carbalcoxi o carbamílico, como etilo,

10. dodecilo, octadecilo, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Cl}$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$,
 $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CN}$, $-\text{CH}_2-\text{COOH}$, $-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{COOH}$,
 $-\text{CH}_2-\text{COOCH}_3$, $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COOC}_2\text{H}_5$, $-\text{CH}_2-\text{CONH}_2$ y $-\text{CH}_2-(\text{CH}_2)_9-\text{CONH}_2$,
un grupo aralquílico, acilalquílico o alquenílico con 9 átomos
de carbono a lo sumo, como bencilo, p-clorobencilo, p-metilben-
15. cilo, p-metoxibencilo, fenilpropilo, $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_5$, alilo y
crotilo o un radical de la fórmula

20.

(9)

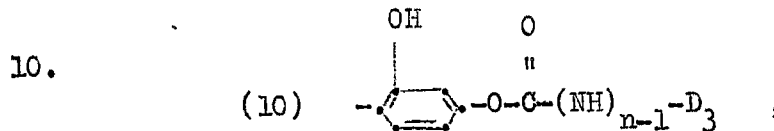


- en la que n se halla para 1 o 2 y D_2 se halla para un grupo
alquílico con 18 átomos de carbono a lo sumo como etilo,
25. octilo y octadecilo o un grupo fenílico con 8 átomos de carbono
a lo sumo eventualmente substituido ulteriormente con un átomo



de cloro, un grupo fenílico o hidroxílico o un grupo alquílico o alcoxi, como fenilo, p-clorofenilo, p-fenil-fenilo, o-hidroxifenilo, p-metilfenilo, p-octilfenilo, p-tercibutoxifenilo y p-metoxifenilo.

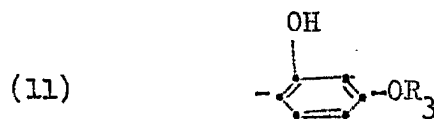
5. Es ventajoso un radical Y de la fórmula



15. en la que n se halla para 1 o 2 y D_3 se halla para un grupo alquílico con 12 átomos de carbono a lo sumo o un grupo fenílico eventualmente substituido ulteriormente con un átomo de cloro o un grupo hidroxílico.

De especial interés es un radical Y de la fórmula

20.



25. en la que R_3 significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquílico con 12 átomos de carbono a lo sumo, un grupo hidroxialquí-

310679

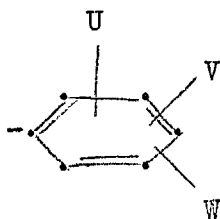


lico, cianalquílico, carboxialquílico, carbalcoxialquílico o un grupo alquénfilico con 4 átomos de carbono a lo sumo, o un grupo bencílico eventualmente substituido con un átomo de cloro.

- 5. Z en la fórmula general (2) puede hallarse por ejemplo para el radical de la fórmula

10.

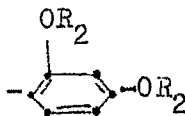
(12)



- 15. en la que U y V son iguales o diferentes y representa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquílico o el grupo $-OR_1$ y W se halla para un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquílico o fenílico o el grupo $-OR_1$. Junto a esto R_1 tiene la significación dada en la fórmula (6).

- 20. Así, pueden entrar en consideración como radicales Z, por ejemplo, los de la fórmula

(13)



25.



en la que los radicales R_2 son iguales o diferentes y tienen la significación indicada en la fórmula (8).

Sin embargo, el radical Z puede corresponder igualmente a la fórmula

5.



10.

en la que U_1 significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, como cloro, un grupo hidroxílico, un grupo alquílico o alcoxi con 8 átomos de carbono a lo sumo, como metilo,

15. tercibutilo, octilo y metoxi, o un grupo fenílico y V_1 significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, como cloro, o un grupo alquílico con 8 átomos de carbono a lo sumo, como metilo, tercibutilo y octilo.

20. Son de destacar los radicales Z, que corresponden a la fórmula

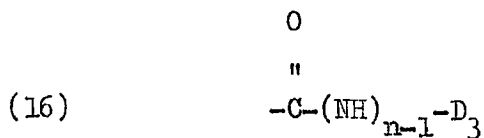


25. en la que los símbolos R_4 son iguales o diferentes y representan un átomo de hidrógeno o un radical de la fórmula

310679



17 MAR. 1954

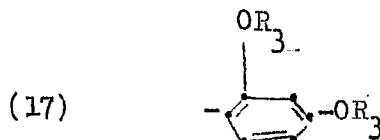


5.

en la que n y D_3 tienen la significación indicada en la fórmula (10).

Son ventajosos los radicales de la fórmula

10.



15.

en la que los símbolos R_3 son iguales o diferentes y tienen la significación indicada en la fórmula (11).

20.

Sin embargo, son de interés totalmente especial los radicales Z, que corresponden a la fórmula



25.

en la que U_2 representa un átomo de hidrógeno, un átomo de



310679

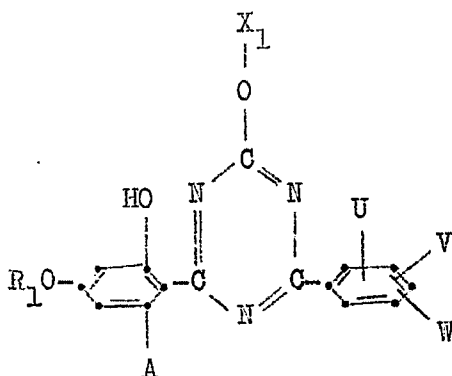
cloro, un grupo alquílico o alcoxi con 4 átomos de carbono a lo sumo o un grupo fenílico.

Entre las nuevas hidroxifenil-1,3,5-triazinas son de citar, por ejemplo, las de la fórmula

5.

10.

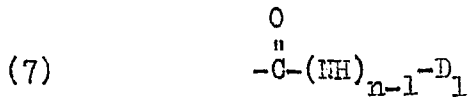
(19)



15.

en la que X_1 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquénico o cicloalquílico o un grupo alquílico, fenílico o naftílico eventualmente substituido ulteriormente, R_1 significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquénico, un grupo alquílico eventualmente substituido ulteriormente o un radical de la fórmula

20.



25.

en la que n se halla para 1 o 2 y D_1 se halla para un grupo

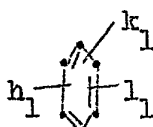
310679



alquílico o cicloalquílico o un radical bencénico, A representa un átomo de hidrógeno o un radical $-OR_1$, U y V son iguales o diferentes y representan un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquílico o el grupo $-OR_1$ y W se halla para un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquílico o fenílico o el grupo $-OR_1$.

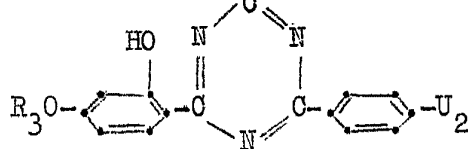
Otro grupo a citar por ejemplo de hidroxifenil-1,3,5-triazinas de acuerdo con la invención corresponde a la fórmula

10.



(20)

15.



20.

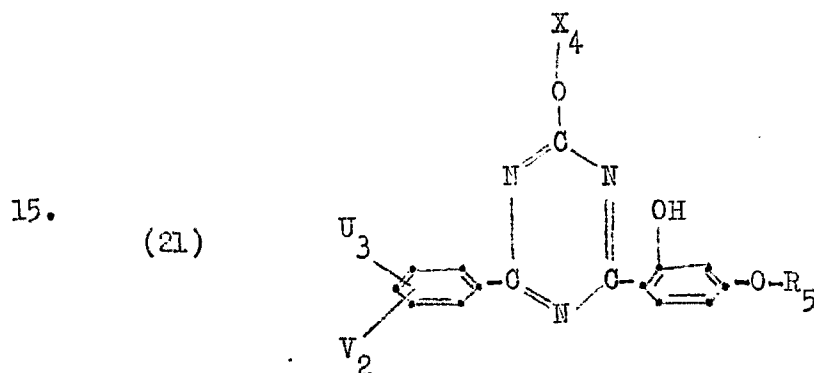
en la que h_1 y k_1 son iguales o diferentes y representan cada una un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro o de bromo o un grupo alquílico con 9 átomos de carbono a lo sumo y l_1 representa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro o de bromo, un grupo hidroxílico, carbamílico, fenílico o ciclohexílico o un grupo alcoxi o alquénílico con 4 átomos de carbono a lo sumo,

25.



5. R_3 significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquílico con 12 átomos de carbono a lo sumo, un grupo hidroxialquílico, cianalquílico, carboxi alquílico, carbalcoxialquílico o un grupo alquénico con 4 átomos de carbono a lo sumo o un grupo bencílico eventualmente substituido por un átomo de cloro y U_2 representa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro, un grupo alquílico o alcoxi con 4 átomos de carbono a lo sumo o un grupo fenílico.

10. Un tipo escogido de compuestos de acuerdo con la presente invención corresponde a la fórmula



En esta fórmula significan:

310679

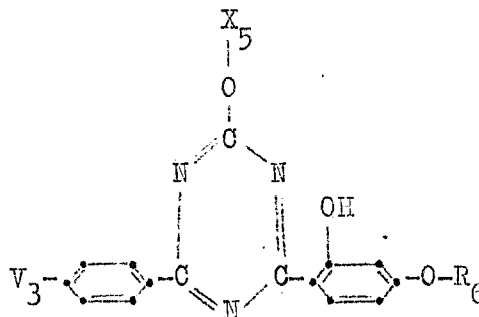


- U₃ y V₂ : un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alcoxi o un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;
5. X₄ : un sistema de anillo que contiene de 1 a 2 anillos de carbono de seis miembros, que puede contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos, grupos alcoxi, grupos oxi, grupos carbalcoxi, átomos de halógeno, grupos nitro, grupos benzoilo y grupos carbonamídicos;
10. R₅ : hidrógeno o un grupo alquílico que puede llevar otros substituyentes como grupos hidroxílicos, nitrilos, alcoxi, de éster de ácido carboxílico, de amida de ácido carboxílico, de benzoilo o átomos de halógeno; además, un grupo alquénílico, un grupo acílico alifático, un grupo de benzoilo, un grupo bencílico o un grupo carbonamídico, en donde estos grupos pueden llevar otros substituyentes, en especial grupos OH, grupos alquílicos, grupos fenílicos y átomos de halógeno.
- 15.
- 20.

Dentro del tipo de compuestos de acuerdo con la fórmula (21) son de citar preferentemente los que corresponden a la siguiente fórmula (22):



5. (22)



10.

En esta fórmula significan:

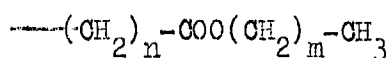
- V_3 : un átomo de hidrógeno o un átomo de cloro;
- X_5 : a) un grupo fenílico, que contiene de 1 a 2 susti-
15. tuyentes de los grupos; grupos alquílicos con 1 a 12 átomos de carbono, grupos fenilalquílicos con 1 a 4 átomos de carbono en el grupo alquílico, grupos alcoxi con 1 a 8 átomos de carbono en el grupo alquílico, grupos ciclohexílicos, grupos fenílicos, grupos oxi, grupos carbalcoxi con 1 a 8 átomos de carbono en el grupo
20. alcoxi y grupos carbonamídicos con 1 a 12 átomos de carbono,
- b) un radical fenílico, que contiene de 1 a 5 átomos de carbono o
25. c) un grupo naftílico;

- 17 - 310679



MAR. 1902

- R₆ : hidrógeno o un grupo alquílico que contiene hasta 18 átomos de carbono, un grupo alquílico que contiene hasta 8 átomos de carbono, que lleva un substituyente del grupo -OH, -CN, halógeno, -CO-NH₂, -CO-C₆H₅,
5. un grupo alquénico que contiene hasta 8 átomos de carbono, un grupo carbalcoxi-alquílico de la fórmula

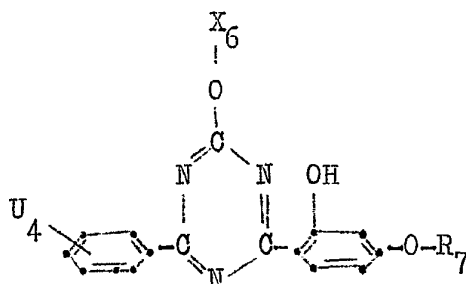


10.

con n=1 a 4 y m=1 a 7, un grupo acílico alifático con hasta 18 átomos de carbono, un grupo benzoilo, un grupo bencílico o un grupo carbonamídico, en el que un hidrógeno de la amida puede estar constituido mediante
15. un radical fenílico o un grupo alquílico que contiene hasta 18 átomos de carbono.

20. Otra variante prácticamente interesante de compuestos de acuerdo con la invención corresponde a la fórmula general (23)

(23)

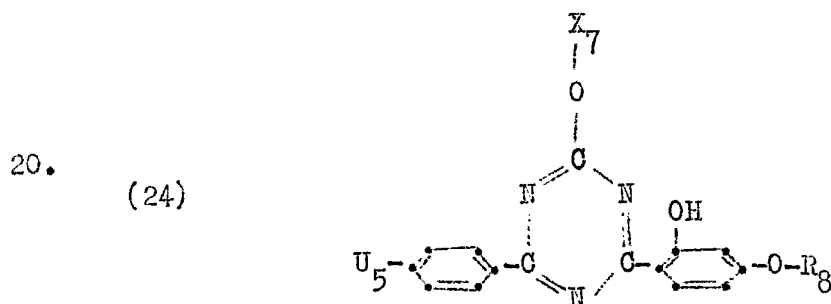




En esta fórmula significan:

- U₄ : hidrógeno, un átomo de halógeno, o un grupo alquílico que contiene hasta 8 átomos de carbono;
- X₆ : hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquénico, un grupo hidroxialquílico, un grupo alquílico que contiene uno o varios puentes de oxígeno de éter, un grupo oxialquílico que contiene puentes de tioéter o un grupo bencílico;
- R₇ : hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquílico substituido con hidroxilo, nitrilo o halógeno, un grupo alquénico, un grupo acílico alifático, un grupo carbalcoxialquílico, un grupo carbonamídico o alquilcarbonamídico, un grupo bencílico o un grupo de benzilo.

15. Son de considerar en forma ventajosa los compuestos de la fórmula general (23) que corresponden a la fórmula (24)



En esta fórmula significan:

310679



1900

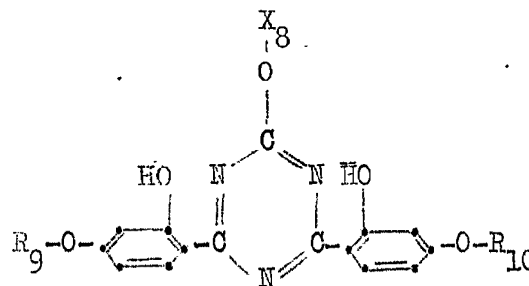
- U₅ : hidrógeno o un átomo de cloro;
- X₇ : un grupo alquílico que contiene hasta 18 átomos de carbono, un grupo alílico, un grupo oxialquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo alcoxialquílico que contiene hasta 10 átomos de carbono o un grupo bencílico;
- 5. R₈ : hidrógeno, un grupo alquílico que contiene hasta 18 átomos de carbono, un grupo alílico, un grupo alquílico substituido con un grupo hidroxílico o nitrílico, que
- 10. contiene hasta 10 átomos de carbono, un grupo acílico alifático que contiene hasta 18 átomos de carbono, un grupo alquilcarbonamídico que contiene eventualmente un grupo alquílico o arílico, un grupo carbonamídico substituido con hasta 18 átomos de carbono o hasta 4
- 15. átomos de carbono, un grupo carbálcóxialquílico con hasta 10 átomos de carbono o un grupo bencílico.

Una tercera variante interesante de tipos de compuestos de la presente invención corresponde a la fórmula general

20.

25.

(25)





En esta fórmula significan:

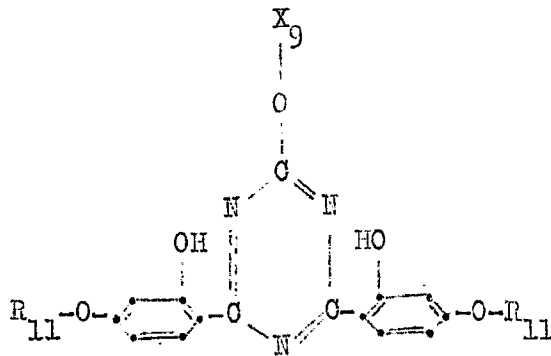
- 5. X_8 : un sistema de anillo que contiene de 1 a 2 anillos de carbono de seis miembros, que pueden contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos, grupos alcoxi, grupos oxi, átomos de halógeno, grupos halogenalquílicos, grupos carbálcoci, grupos nitro, grupos amino eventualmente substituidos y grupos carbonamídicos;
- 10. R_9 y R_{10} : hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquénfilico, un grupo aralquílico o un grupo carbalcoxialquílico.

Tipos ventajosos de compuestos de acuerdo con la fórmula (25) pueden reproducirse mediante la fórmula (26):

15.

(26)

20.



En esta fórmula representan:

310679



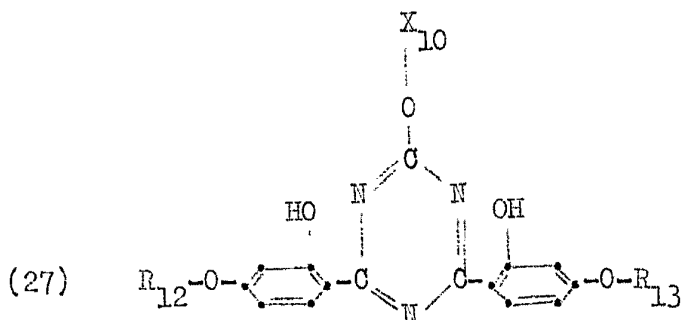
MAR. 1965

- X_9 : a) un grupo fenílico, que puede llevar de 1 a 3 sustituyentes de los grupos: grupos alquílicos con 1 a 12 átomos de carbono, grupos fenilalquílicos con 1 a 4 átomos de carbono en el grupo alquílico, grupos alcoxi con 1 a 8 átomos de carbono en el grupo alquílico, grupos ciclohexílicos, grupos fenílicos, grupos oxi, grupos carbalcoxi con 1 a 8 átomos de carbono en el grupo alcoxi, un grupo carbonamídico, un grupo amino alquilado y un grupo nitrílico,
- 5.
10. b) un grupo fenílico que contiene de 1 a 5 átomos de halógeno o
- c) un grupo naftílico, que puede estar parcialmente hidrogenado;
- R_{11} : hidrógeno, un grupo alquílico que contiene hasta 18 átomos de carbono, un grupo alquenílico que contiene hasta 4 átomos de carbono, un grupo bencílico o un grupo carbalcoxialquílico que contiene hasta 6 átomos de carbono.
- 15.
20. Otra clase de compuesto, del cual son interesantes algunos representantes específicos especiales, se caracteriza por la fórmula siguiente (27):

310679



5.



10.

En esta fórmula significan:

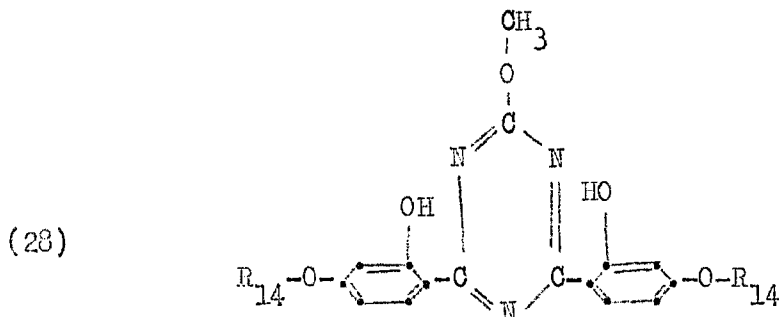
X₁₀ : un grupo alquílico que contiene hasta 6 átomos de carbono y eventualmente puentes O;

R₁₂ y R₁₃ : hidrógeno o un grupo alquílico, un grupo alquénico, un grupo carboxialquílico, un grupo aralquílico, un grupo acílico alifático, un grupo oxialquílico o un grupo carbonamídico eventualmente substituido.

20.

Poseen interés específico dentro de los compuestos que caen bajo la fórmula (27) aquellos derivados triazínicos, que corresponden a la siguiente fórmula (28):

25.



310679



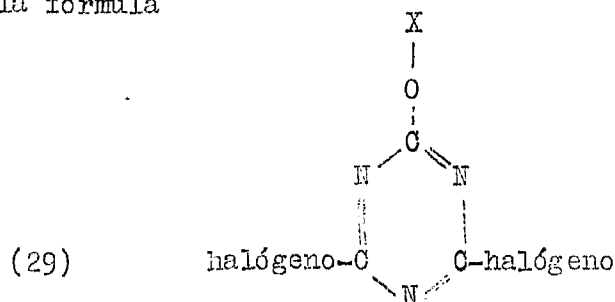
MAR. 1904

En esta fórmula R₁₄ se halla para un substituyente que contiene no más de 8 átomos de carbono, en especial un grupo alquílico, un grupo alílico, un grupo carbalcoxialquílico que contiene hasta 6 átomos de carbono, un grupo bencílico,

- 5. un grupo acetílico, un grupo oxialquílico o un grupo carbonamídico eventualmente substituido.

Se alcanzan las nuevas hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula (2) según métodos de por sí conocidos, por ejemplo haciendo reaccionar en medio exento de agua, en presencia de catalizadores Friedel-Crafts, en especial cloruro de aluminio, y ante los acompañantes de reacción disolventes orgánicos inertes, en especial nitrobenceno, dihalogen-1,3,5-triazinas de la fórmula

15.



20.

en la que X tiene la significación indicada, con una o dos veces la dosis molar de un compuesto de la serie bencénica, que contiene dos grupos hidroxílicos que se hallan en posición m

- 25. uno con respecto al otro, o monohalogen-1,3,5-triazinas de

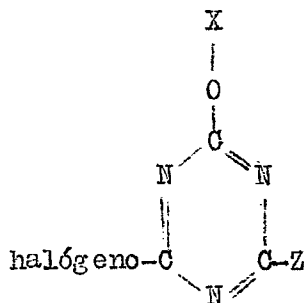
310679



la fórmula

5.

(30)



10.

en la que X y Z tienen la significación antes indicada, con una vez la dosis molar de un compuesto de la serie bencénica, que muestra dos grupos hidroxílicos que se hallan en posición m uno con respecto al otro, y eterificado eventualmente,

15. esterificando grupos hidroxílicos en los radicales Y y Z de la fórmula (2), que se hallan en posición para a fin de ligar con el anillo triazínico, o transformando en grupos uretanos de fórmula que se obtengan compuestos de la fórmula indicada (2).

Las dihalogen- y monohalogen-triazinas que para ello se

20. utilizan son, o bien ya conocidas o pueden prepararse según métodos de por sí conocidos. Así, se obtienen las dihalogen-triazinas de la fórmula (21), por ejemplo, tratando en un disolvente inerte, verbigracia, acetona, una solución equimolar de cloruro de triclorógeno y un fenol o alcohol de la fórmula

25.

310679

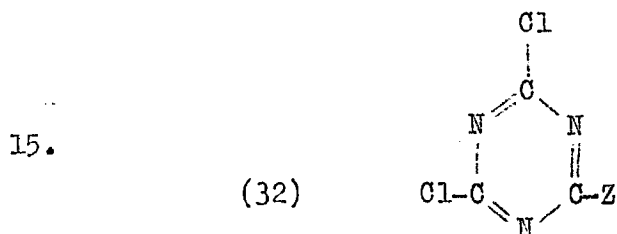


1965



5. en la que X tiene la significación antes indicada, a una temperatura de alrededor de 0°C, con la dosis equivalente de un reactivo básico, como por ejemplo hidróxido sódico, de forma que el valor de pH permanezca ácido o debilmente alcalino.

10. De manera similar se obtienen las monohalógenotriazinas de la fórmula (22), substituyendo en la reacción previamente descrita, el cloruro de cianógeno por una arildiclorotriazina de la fórmula



20. en la que Z tiene el significado antes indicado, y realizar la reacción a temperaturas comprendidas entre 10°C y 70°C. Como ejemplos para aril-diclorotriazinas de la fórmula (24) se citan:

310679



- 2,4-dicloro-6-fenil-triazina,
- 2,4-dicloro-6-difenil-triazina,
- 2,4-dicloro-6-(p-metoxifenil)-triazina,
- 2,4-dicloro-6-(p-metilfenil)-triazina,
- 5. - 2,4-dicloro-6-(o,p-dimetilfenil)-triazina,
- 2,4-dicloro-6-(p-clorofenil)-triazina.

Como alcoholes o fenoles de la fórmula (23) pueden, por ejemplo, utilizarse:

- 10. - alcohol metílico,
- alcohol octílico
- alcohol octadecílico,
- $\text{CH}_3\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$
- 15. - $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$
- alcohol alílico,
- alcohol crotilico,
- ciclohexanol,
- alcohol bencílico,
- 20. - fenol,
- beta-naftol,
- alfa-tetrahidronaftol,
- 4-hidroxi-3,5-ditercibutilfenol,
- o-cresol,

310679

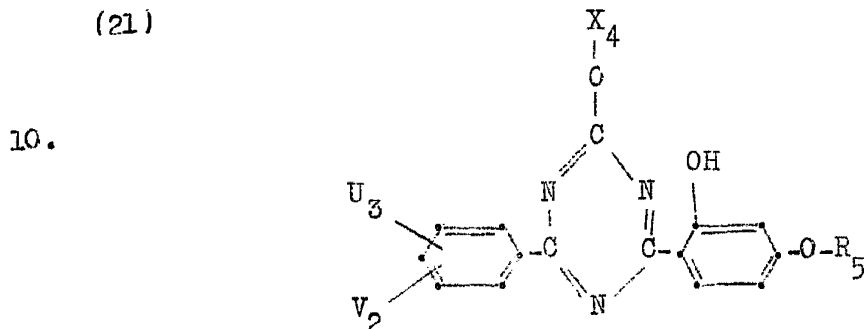


- 4-nonilfenol,
- 2-metil-isopropilfenol (Carvacrol),
- 2,4-di-tercibutilfenol,
- pentametilfenol,
- 5. - 2-metoxifenol (Gujakol)
- 2-tercibutil-4-metoxifenol,
- 2-metoxi-4-propenilfenol (Isoeugenol)
- 2,4,6-tricarboxifenol (ácido gálico)
- 4-carboetoxifenol,
- 10. - 3-dietilaminofenol,
- 3,5-di-tercibutil-4-hidroxi-bencilalcohol,
- 2-carbamino fenol,
- 2-carbanilino fenol,
- 2,4,5-triclorofenol,
- 15. - 2,4,6-tribromofenol,
- 4-cloro-3,5-dimetilfenol,
- 3-nitrofenol,
- 4-ciclohexilfenol,
- 4-fenil-fenol,
- 20. - cumilfenol,
- 1,4-dihidroxi-2,6-di-tercibutilbenoeno.



Entre los compuestos de la serie bencénica, que contienen dos grupos hidróxicos que se hallan uno con respecto a otro en posición meta, son de citar por ejemplo el 2,6-dihidroxi-toluol, el o 1,3,5-trihidroxi-benceno o, en especial, el 1,3-5. -dihidroxi-benceno.

Así se obtienen, por ejemplo, las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula



15. en la que significan:

U_3 y V_2 : un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alcoxi o un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;

X_4 : un sistema de anillo que contiene de 1 a 2 anillos de hidrocarburo de seis miembros, y que puede contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos, grupos

20.

310679



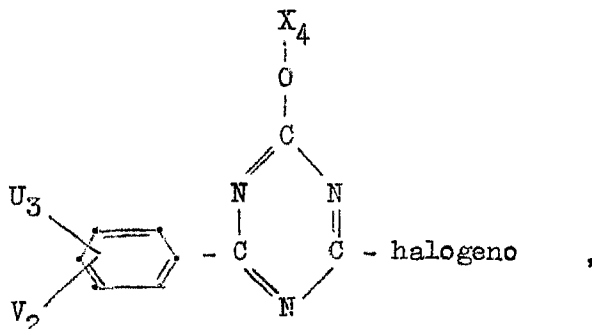
1500

fenilalquílicos, grupos alcoxi, grupos oxi, grupos carbalcoxi, átomos de halógeno, grupos nitro, grupos de benzoilo y grupos carbonamídicos;

- 5. R₅ : hidrógeno o un grupo alquílico que puede llevar otros substituyentes como grupos hidroxílicos, nitrilo, alcoxi, de éster de ácido carboxílico, de amida de ácido carboxílico, de benzoilo o átomos de halógeno; además un grupo alquenílico, un grupo acílico
- 10. co alifático, un grupo benzoilo, un grupo bencílico un grupo carbonamídico, en donde estos grupos pueden llevar otros substituyentes en especial OH, grupos alquílicos, grupos fenílicos y átomos de halógeno, haciendo reaccionar entre 0° y 150°C en medio exento
- 15. de agua en presencia de 0,3 a 3 moles de catalizadores Friedel-Crafts en disolventes inertes, monohalógeno-triazinas de la fórmula

(33)

20.



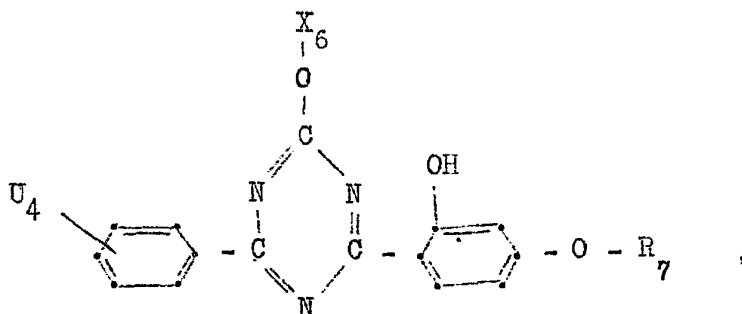
310679



5. en la que X_4 , U_3 y V_2 tienen la significación antes indicada, con la dosis molar de un 1,3-dihidroxibenceno y eventualmente en eterificar, en esterificar el grupo hidroxílico del radical de hidroxibenceno que se halla en posición para al enlace en el anillo triazínico o en transformar en un grupo de uretano.

Para la preparación de hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula

10. (23)



15.

en la que significan:

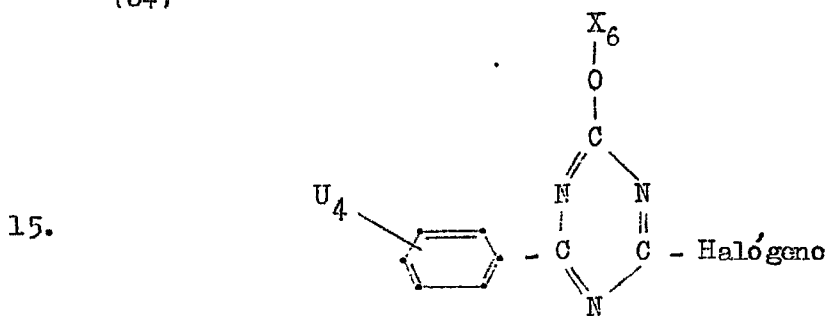
- U_4 : hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquílico que contiene hasta 8 átomos de carbono;
- X_6 : hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquénico, un grupo hidroxialquílico, un grupo alquílico que contiene uno o varios puentes de oxígeno de éter, un grupo oxialquílico que contiene puentes de tioéter o un grupo bencílico;
- 20.



1903

- R₇ :hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquílico sustituido con grupos hidroxílicos, de nitrilo o de halógeno, un grupo alquenílico, un grupo acílico alifático, un grupo carbalcoxialquílico, un grupo carbonamídico o alquilcarbonamídico, un grupo bencílico o un grupo de benzoilo, pudiendo procederse, por ejemplo, de manera a hacer reaccionar, entre 0° y 150°C, en medio exento de agua en presencia de 0,3 a 3,0 moles de catalizadores Friedel-Crafts, en disolventes orgánicos inertes, monohalógenotriazinas de la fórmula
- 5.
- 10.

(34)



- 20.
- en la que X₆ y U₄ tienen la significación antes indicada, con la dosis molar de 1,3-dihidroxibenceno y se eterifica o eventualmente, se esterifica el grupo hidroxílico del radical hidroxibenceno que se halla en posición para al enlace en el anillo triazínico, o se transforma en un grupo uretano, de manera que se obtengan compuestos de la fórmula anterior.



310679

Se llega a los compuestos de la fórmula (34), especialmente al transformar, en presencia de catalizadores de transesterificación y un alcohol de la fórmula X₆-OH, en compuestos de la fórmula arriba indicada, los compuestos correspondientes que poseen

5. en lugar del grupo -X₆, por ejemplo el grupo -X₄, en donde

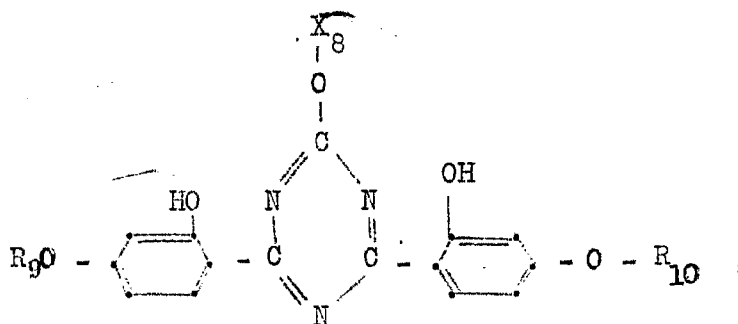
X₄ significa:

X₄ : un sistema de anillo que contiene de 1 a 2 anillos de carbono de seis miembros, que puede contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos, grupos fenilalquílicos, grupos alcoxi, grupos oxi, 10. grupos carbalcoxi, átomos de halógeno, grupos nitro, grupos de benzoilo y grupos carbonamídicos.

Las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula

(25)

15.

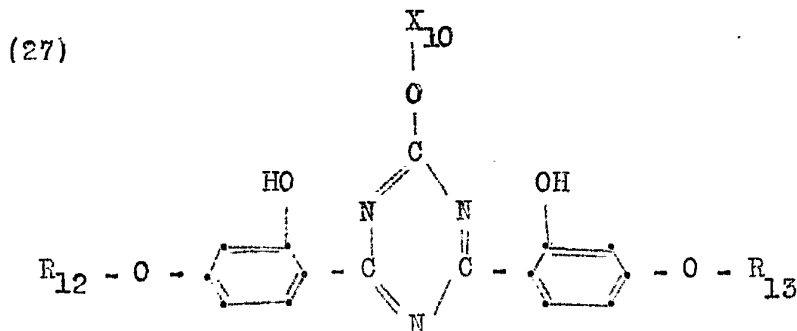


20.

en la que significan

X₈ : un sistema de anillo que contiene de 1 a 2 anillos de carbono de seis miembros, que puede contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos,

310679



5.

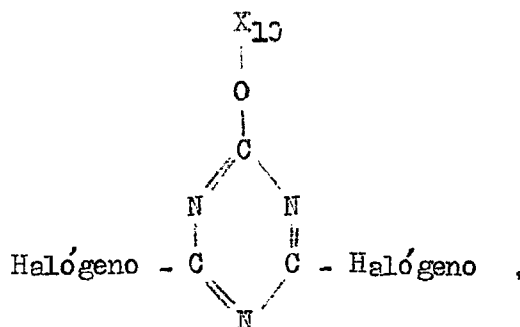
en la que significan:

X_{10} : un grupo alquílico que contiene hasta 6 átomos de carbono y eventualmente puentes O;

10. R_{12} y R_{13} : hidrógeno o un grupo alquílico, un grupo alquénico, un grupo carboxialquílico, un grupo aralquílico, un grupo acílico alifático, un grupo oxialquílico o un grupo carbonamídico eventualmente substituido,

15. haciendo reaccionar, entre 0°C y 150°C, con 2 moles de 1,3-dihidroxibenceno, en medio exento de agua, en presencia de 0,6 a 4,0 moles de catalizadores Friedel-Crafts, en disolventes inertes, dihalógenotriazinas de la fórmula

(36)



20.

310679



1903

en la que X_{10} tiene la significación antes indicada,

y en eterificar eventualmente, en esterificar grupos hidroxílicos que se hallan en posición para el enlace en el anillo

5. triazínico o en transformar en grupos de uretano, de manera que se obtengan compuestos de la precitada fórmula

Entre los catalizadores Friedel-Crafts que pueden utilizarse para la reacción entre las halógenotriazinas y los 1,3-dihidroxibencenos, son de citar, por ejemplo, el trifluoruro de sodio y aluminio, el tetracloruro de estaño, el trifluoruro de boro, el cloruro de hierro (III) y el tribromuro de aluminio, y en especial sin embargo el tricloruro de aluminio. Para ello se utiliza de 0,3 a 3,0 moles de catalizador por mol de 1,3-dihidroxibenceno, de preferencia 0,8 a 1,5 moles. Los 1,3-dihidroxibencenos se emplean en forma más conveniente en dosis estequiométricas, en todo caso en pequeño exceso, a fin de que no exista ningún factor limitante al término de la reacción.

Como disolventes inertes pueden citarse el cloruro de metileno, el dicloroetano, el tetracloroetano, el tetracloroetileno, el diclorobenceno, el sulfuro de carbono, así como también el nitrobenzono. La reacción puede realizarse a temperaturas entre 0°C y 150°C, preferentemente sin embargo entre 15°C y 100°C. En disolventes de bajo punto de ebullición es ventajoso efectuarla a su temperatura de refluja.



Los compuestos accesibles en la forma indicada contienen de uno a dos grupos 2',4'-dihidroxifenílicos. Aún cuando ya se sabe que la degradación funcional de solamente un grupo hidroxílico en 1,3-dihidroxibencenos transcurre poco selectivamente y conduce a malos rendimientos, se realiza con selectividad elevada y con buen rendimiento en las 2',4'-dihidroxifeniltriazinas mediante degradar en grupos éter, éster o uretano, los grupos situados en posición 4'.

- Para eterificación son adecuados, por ejemplo, los
10. haluros, en especial los bromuros, como la clorhidrina etilénica, el bromuro n-alílico, el n-bromoctano, el n-bromooctadecano, el cloruro bencílico, el cloruro p-clorobencílico, el bromuro crotilico, el gamma-bromobutironitrilo, el éster etílico del ácido cloroacético, el éster etílico del ácido gamma-bromobutírico, el 1-cloro-
 15. -3-bromopropeno, el bromuro fonacílico, el éster metílico del ácido bromoacético, el ácido bromoacético, o la amida del ácido bromopropiónico, pero también agentes de alquilación como el sulfato dimetílico o el sulfato dietílico, que se sitúan a temperaturas entre 20° y 100°C en un sistema disolvente inerte,
 20. como la acetona, la acetona/agua, la metiletilecetona, el dioxano, la dimetilformamida o el dietilsulfóxido en presencia preferentemente de dosis estequiométricas de un agente ligador de ácido, como el carbonato potásico o el hidróxido sódico.

Los isocianatos utilizables para la degradación en el

25. grupo uretano corresponden, por ejemplo, a la fórmula

310679



1906

(37) D-N=C=O

en la que D posee la significación inducida en la fórmula (3)

Como ejemplos se citan:

- isocianato metílico,
- 5. - isocianato n-butílico,
- isocianato dodecílico,
- isocianato octadecílico,
- isocianato ciclohexílico,
- isocianato fenílico,
- 10. - isocianato p-etoxifenílico,
- isocianato p-clorofenílico,
- isocianato o-tolílico,
- isocianato p-tolílico.

Se realiza mejor la reacción en presencia de una amina terciaria, todo lo más en un disolvente orgánico inerte como el benceno.

Para la esterificación se utilizan, por ejemplo, los haluros de ácido o los anhídridos de ácido, como los de la fórmula

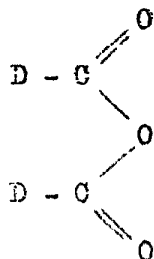


o

310879



(39)



5. en las que D tiene la significación indicada en la fórmula (3).

Como haluros de la fórmula (26) y anhídridos de ácido de la fórmula (27) se citan, por ejemplo, los de los ácidos siguientes:

- ácido acético,
- 10. - ácido butírico,
- ácido esterárico,
- ácido benzoico,
- ácido salicílico,
- ácido p-clorobenzoico,
- 15. - ácido p-tercibutilbenzoico.

La reacción puede realizarse en presencia de aminas terciarias, como la piridina, y en todo caso en presencia de disolventes inertes como la acetona, y a temperaturas entre 0°C y el punto de ebullición del sistema, pero de preferencia entre 15°C y 100°C. No obstante, puede también esterificarse a temperaturas entre 80°C y 170°C en disolventes de alto punto de ebullición, como el toluol, el clorobenceno o el diclorobenceno, en



presencia de una amina terciaria con anhídridos de ácido o bien haluros de ácido, en que en los casos de los haluros de ácido se desdobra el hidrácido que se forma gaseoso en el sistema.

Para el procedimiento de transesterificación preparativo

5. importante para la elaboración de los compuestos de la fórmula (23) se citan, por ejemplo, como catalizadores de transesterificación: los metales alcalinos, como el sodio o el potasio; los hidróxidos alcalinos, como el hidróxido sódico o potásico, así como los alcoholatos alcalinos, de preferencia los de los
10. alcoholes X_6-OH utilizados en la reacción. El alcohol X_6-OH se emplea ventajosamente en exceso y se usa en muchos casos como disolvente en la reacción. Sin embargo, también puede utilizarse un disolvente inerte, como el benceno, el toluol o el clorobenceno, para diluir la mezcla reaccional.

15. Por ello se comprende que tales reacciones de transesterificación proporcionan los mejores resultados cuando el radical R_7 junto con el átomo de oxígeno al que está enlazado, representa un grupo hidroxílico, de éster o de urotano. Si dicho radical significa junto con el átomo de oxígeno un grupo éster,
20. puede realizarse la reacción de transesterificación no solamente en el radical $-O-X_4$ sino también en el radical $-O-R_7$, con lo cual se forman mezclas indeseadas,

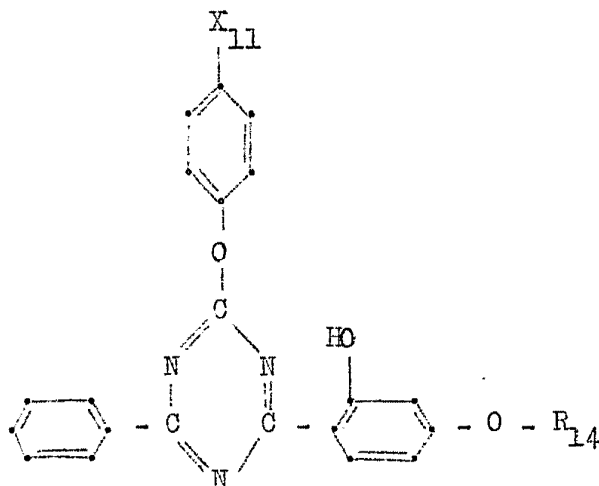
Las hidroxifenil-1,3,5-triazinas específicamente interesantes de acuerdo con la presente invención, corresponden por ejemplo, a la fórmula siguiente:

310679



(22a)

5.



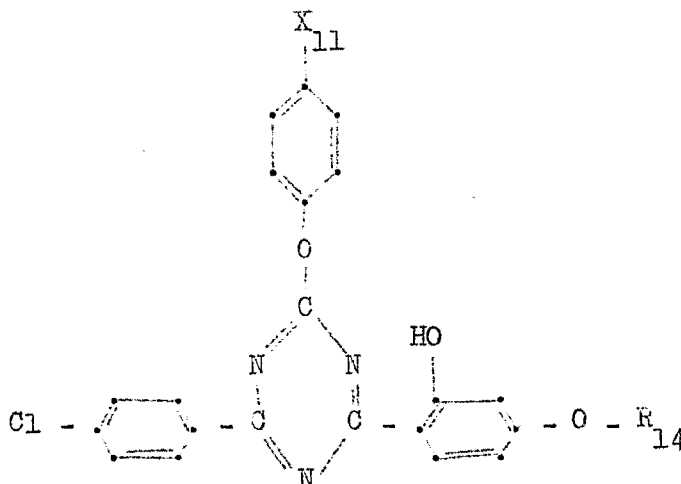
10.

en la que X_{11} representa un grupo alquílico ramificado que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y R_{14} representa un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;

además

15. (22b)

20.



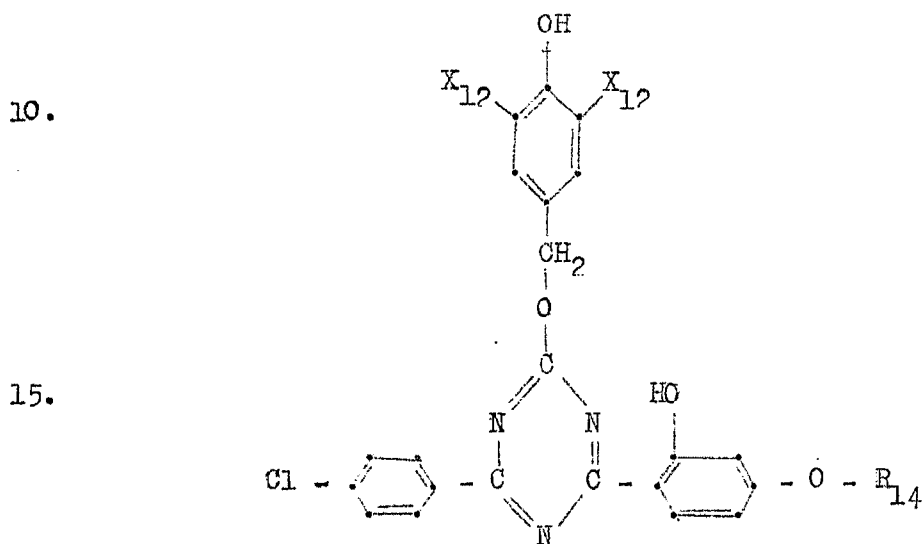


en la que X_{11} representa un grupo alquílico ramificado que contiene de 1 a 8 átomos de carbono y R_{14} representa un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;

5. además

las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula

(22c)

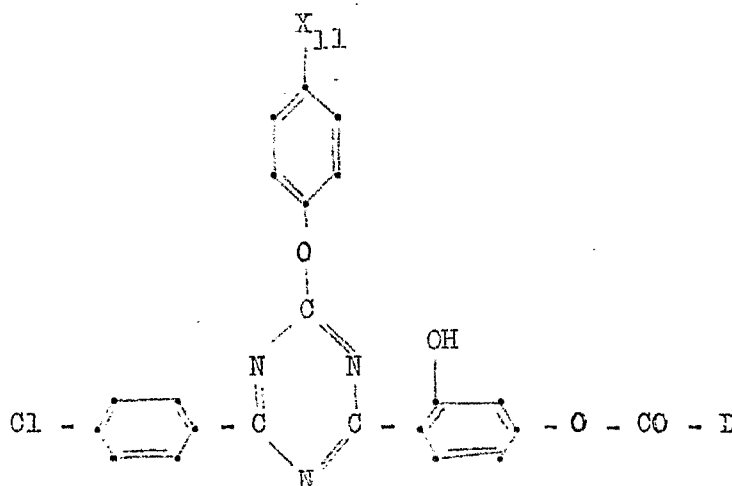


310879



(22a)

5.



10.

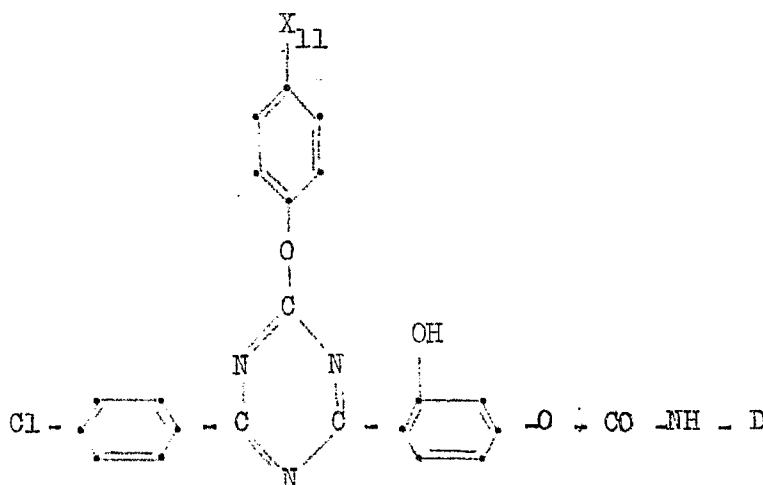
en las que X₁₁ y D representan grupos alquílicos que contienen de 1 a 8 átomos de carbono,

además

15.

(22a)

20.





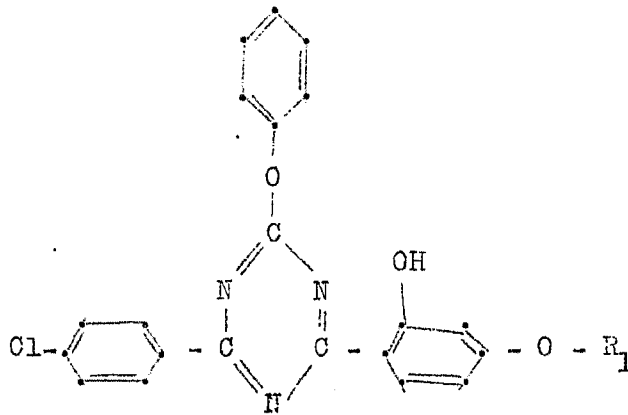
MAY. 1903

en la que X_{11} y D representan grupos alquílicos que contienen de 1 a 8 átomos de carbono,

además

5. (22f)

10.



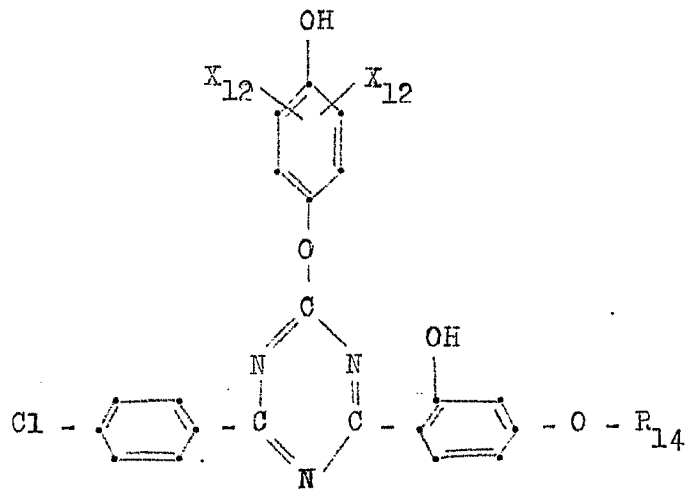
15.

en la que R_{14} representa un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono,

además

(22g)

20.



25.



5. en la que X_{12} puede hallarse para un átomo de hidrógeno, por lo menos un radical X_{12} representa no obstante un grupo alquílico ramificado con hasta 8 átomos de carbono y R_{14} representa un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

Las nuevas hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la composición indicada pueden utilizarse como agentes de estabilización para los materiales orgánicos de diferentes tipos, en especial como protectores contra la radiación ultravioleta.

10. La presente invención se refiere asimismo a un procedimiento para la protección de materiales orgánicos contra la acción perjudicial del calor, del aire y en especial de la radiación ultravioleta, para lo cual se utilizan las nuevas hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula (2).

15. En principio pueden distinguirse tres formas diferentes de aplicación, que pueden dividirse o combinarse para la realización.

A) El agente de estabilización, en especial agente protector de la luz, se incorpora a un substrato con el fin de que este

20. substrato proteja contra el ataque de la luz por radiaciones ultravioletas, con lo que puede impedirse una variación de una o varias propiedades físicas, como por ejemplo una transmutación de color, variación de la tenacidad, formación quebradiza y/o reacciones químicas estimuladas por las radiaciones ultra-
25. violetas, como por ejemplo fenómenos de oxidación. Puede para

310679



ello efectuarse la incorporación antes o durante la preparación del substrato o ulteriormente, mediante un proceso adecuado, por ejemplo mediante un procedimiento de fijación semejante a un proceso de teñido.

5. B) El agente protector a la luz se incorpora a un substrato para proteger una o varias materias incorporadas al substrato, como por ejemplo: colorantes, agentes auxiliares, etc., en donde puede introducirse simultáneamente el protector de substrato indicado en A).
10. C) El agente protector de la luz se introduce en una / "capa de filtro", con el fin de proteger un substrato situado directamente debajo o también a cualquier distancia (por ejemplo, en un escaparate) contra el ataque de las radiaciones ultravioletas, para lo cual la capa de filtro puede ser sólida (película, lámina, apresto) o semisólida (crema, aceite, cera).
- 15.

El procedimiento para proteger materiales orgánicos contra la acción perjudicial del calor, del aire y en especial de las radiaciones ultravioletas, se caracteriza por consiguiente porque las nuevas hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula (2) se incorporan al material orgánico a proteger o a un substrato, que contiene este material, o a una capa de filtro situada sobre el material a proteger, o se fijan sobre tales materiales.

20.

Como materiales orgánicos que pueden protegerse, se citan:

- a) todos los materiales textiles en general, que pueden presentarse en cualquier forma, por ejemplo fibras, hilos,
- 25.

310679



- hebras, tejidos o géneros de punto, o como fieltro, y todos los tejidos con ellos acabados; tales materiales textiles pueden constar: de materiales naturales de origen animal, como la lana y la seda, o de origen vegetal, como los materiales de celulosa, de algodón, de cáñamo, de lino, de yute y de ramio, además de los materiales semisintéticos, como la celulosa regenerada, por ejemplo la seda artificial, viscosas, lana celulósica inclusive o materiales sintéticos, que son obtenibles mediante polimerización o copolimerización, por ejemplo el poliacrilonitrilo, el cloruro de polivinilo, o poliolefinas como el polietileno y polipropileno, los que son obtenibles mediante poliadición, como por ejemplo el poliuretano, o los que son obtenibles mediante policondensación, como el poliéster y sobre todo las poliamidas. El agente protector se adiciona convenientemente a materiales semisintéticos en forma de una masa para hilatura, por ejemplo masa para hilatura de viscosa, masa para hilatura de acetilcelulosa (inclusive, triacetato de celulosa), y a las masas dispuestas para la preparación de fibras totalmente sintéticas, como coladas de poliamida o masas para hilatura de nitrilo poliacrílico y éste se adiciona antes, durante o después de la policondensación o respectivamente polimerización.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
25. b) Materias fibrosas de otro tipo, que no son materias textiles, que pueden ser de origen animal, como plumas, cabe-

310679



- llos, y también pieles y pellejos, y cuero obtenido de estos últimos mediante curtición natural o química, así como artículos acabados con ellos, además aquellos de origen vegetal, como la paja, la madera, la pulpa de madera
5. o los materiales fibrosos que constan de fibras diferentes, como el papel, el cartón o la madera prensada, así como también los materiales preparados de estos últimos. Además masas de papel que se utilizan para la preparación de papel (por ejemplo, masas para pila holandesa).
10. c) Agentes de recubrimiento y de apresto para textiles y papel, por ejemplo los sobre base de almidón o caseína o aquellos sobre base de resina artificial, por ejemplo de acetato vinílico o derivados del ácido acrílico.
15. d) Lacas y películas de diferente composición, por ejemplo las de acetilcelulosa, propionato de celulosa, butirato de celulosa y mezclas de celulosa, como por ejemplo el acetato-butirato de celulosa y el acetato-propionato de celulosa; además, nitrocelulosa, acetato vinílico, cloruro de polivinilo, cloruro de polivinilideno, copolímeros de cloruro de vinilo y cloruro de vinilideno, lacas alquídicas, polietileno, polipropileno, poliamidas, poliacrilonitrilo, poliéster, materias sintéticas de poliadición, como por ejemplo los poliuretanos, etc. Otra utilización para
20. las hidroxifenil-1,3,5-triazinas es la incorporación en
25. materiales para el embalaje, en especial las láminas



transparentes conocidas de celulosa regenerada (viscosa) o acetilcelulosa. Además, es en general conveniente adicionar el material de bloque a la masa a base de la cual se preparan estas láminas.

5. c) Resinas naturales o sintéticas, por ejemplo las resinas epoxi, las resinas de políster, las resinas vinílicas, las resinas de poliestirol, las resinas alquídicas, las resinas de aldehído, como productos de condensación de fenol, urea o melamina-formaldehído, así como emulsiones de resinas sintéticas (por ejemplo, emulsiones de aceite-en-agua o de agua-en-aceite). Además el material de protección puede adicionarse convenientemente antes o durante la polimerización o bien policondensación. Además se citan las resinas sintéticas reforzadas con fibras de vidrio y laminados con ellas preparados.
10. f) Las materias hidrófobas, las materias conteniendo aceite, grasa o cera, como bujias, cera para el piso, cáusticos para el piso u otros cáusticos para la madera, pulimentos para muebles, en especial aquellos que se disponen para el tratamiento de superficies de madera clara, eventualmente blanqueados.
15. g) Materiales naturales de la clase del caucho, como el caucho, balata, gutapercha o materias sintéticas vulcanizables, como el policloropreno, los polisulfuros olifíni-
- 20.
- 25.



- cos, polibutadieno o los copolímeros de butadieno-estireno (por ejemplo, Buna S) o de butadieno-acrilonitrilo (por ejemplo, Buna N), que todavía pueden contener también materiales de relleno, pigmentos, acelerantes de vulcanización, etc., y en los que la adición de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas retarda el envejecimiento y con ello evita el cambio de las propiedades de plasticidad y las de fragilidad.
- 5.
10. h) Preparados cosméticos, como perfumes, jabones teñidos y no teñidos, y aditivos del baño, cremas para la piel y el cutis, polvos, repelentes y en especial aceites y cremas de protección solar.

- Es evidente, que las hidroxifenil-1,3,5-triazinas son adecuadas no solamente como agentes de protección para materiales no teñidos, sino también para los materiales teñidos o bien pigmentados. Además, se efectúa la protección igualmente sobre los colorantes, por lo que en muchos casos se obtiene una mejora considerable de solidez a la luz. Eventualmente se pueda combinar conjuntamente el tratamiento con el agente de bloqueo y el proceso de teñido o pigmentación.
- 15.
- 20.

- Según el tipo de los materiales a tratar, las exigencias en la actividad y estabilidad y otras propiedades, pueden oscilar las dosis de los agentes de estabilización, en especial los agentes de protección a la luz, a incorporar a los materiales respectivos, dentro de límites bastante amplios; por ejemplo,
- 25.



pueden oscilar entre 0,01 a 10%, de preferencia entre 0,1 al 2%, del material, que debe protegerse inmediatamente contra la acción perjudicial del calor, del aire y en especial de las radiaciones ultravioletas.

5. Es de citar que las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula (2) indicada poseen, aparte de las propiedades de estabilización para materiales orgánicos, también acción fungicida y/o bactericida.

10. En los ejemplos siguientes, si no se indica lo contrario, las partes significan partes en peso, y los porcentajes son tantos por ciento en peso. Los puntos de fusión no están corregidos. En las Tablas para los Ejemplos, significan siempre:

15. Columna I = Fórmula - n°
Columna II = Fórmula estructural
Columna III = Punto de fusión en °C
Columna IV = Análisis para C, H, N; línea superior valor calculado; línea inferior valor hallado; fórmula de suma debajo.

20. Las indicaciones de punto de fusión provistas de "(X)" en la Columna III significan "bajo descomposición".

EJEMPLOS 1 a 5 y Tabla A

25. En los Ejemplos siguientes 1 a 5 y Tabla A se resumen compuestos de acuerdo con la fórmula general (21), a cuyo fin

310679



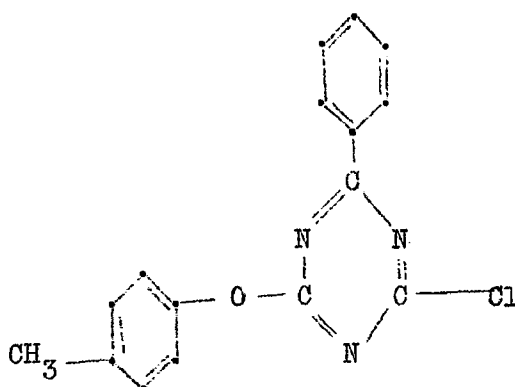
se utilizan los Ejemplos 1 a 5 para explicar las variantes de preparación. De manera análoga se obtuvieron los compuestos resumidos en la siguiente Tabla A. Para la eterificación con sulfatos dialquílicos se remite al Ejemplo 11 de la siguiente 5. Tabla C.

E J E M P L O 1

45,2 partes de 2-fenil-4,6-diclorotriazina se disuelven en 150 partes de dioxano. Se adicionan bajo agitación 21,6 10. partes de p-cresol y se calienta a 35°C. Luego se adicionan rápidamente en forma de gotas, entre 35 a 40°C, 93 partes de una solución de hidróxido sódico 2,15-n, de manera que el pH no esté por encima de 7. A continuación se adicionan 400 partes de agua, se agita de nuevo durante 1 hora a 35°C, se enfría 15. luego a 10°C y se muca el producto incoloro de la fórmula

20.

(40)





El producto de análisis recristalizado en cloruro de metileno-
-alcohol funde entre 131 a 132°C.

$C_{16}H_{12}ON_3Cl$: calculado: C 64,54 H 4,06 N 14,11
 hallado: C 64,44 H 4,15 N 13,92.

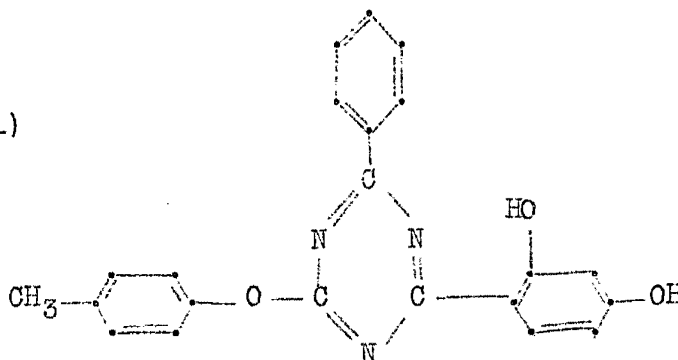
5.

24,6 partes del compuesto de la fórmula (40) se disuel-
ven en 100 partes de nitrobeneno, se tratan a 20°C con 9,1
partes de resorcina y luego con 11,5 partes de cloruro de alu-
minio. Seguidamente se agita durante 16 horas, a 40° - 45°C,
10. se vierte sobre agua y el nitrobeneno se destila con vapor de
agua. El residuo se muela y se seca. Rendimiento: unas 30
partes; punto de fusión: de 195 a 196°C. El producto de análi-
sis, recristalizado por tres veces en beneno-hexano, da la
fórmula

15.

(41)

20.



funde entre 200 a 200,5°C.

$C_{22}H_{17}O_3N_3$: calculado: C 71,15 H 4,61 N 11,32
25. hallado: C 71,32 H 4,72 N 11,56

310679



1966

EJEMPLO 2

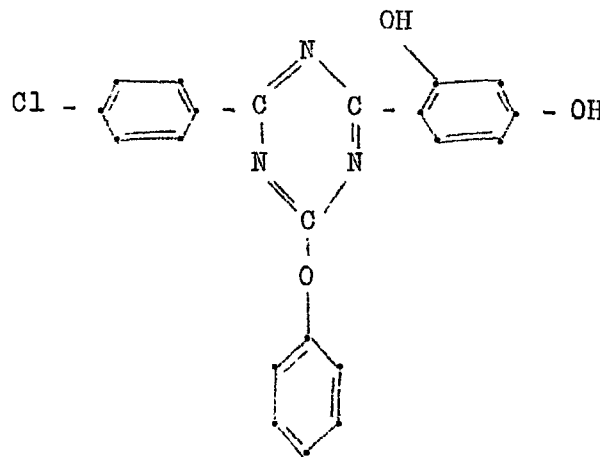
Esterificación con metiletilcetona/carbonato potásico:

Una variante para la preparación de compuestos de acuerdo con la fórmula general (21) se explica mediante el resumen

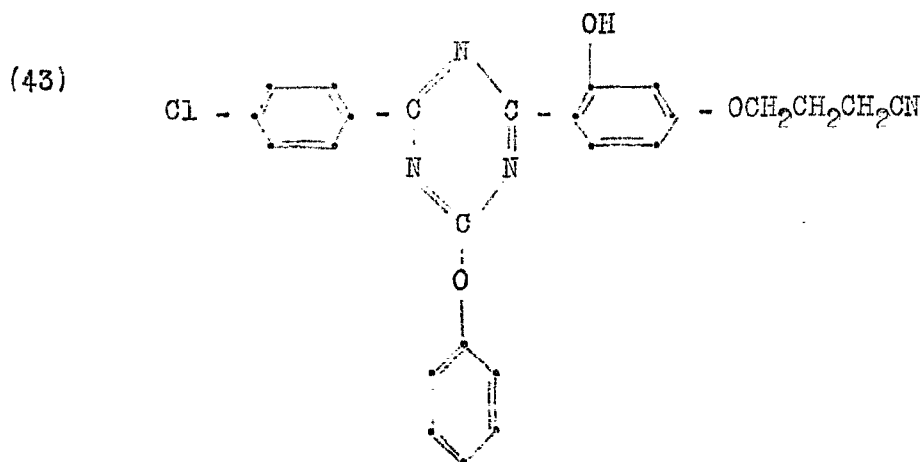
5. siguiente:

19,6 partes del compuesto de la fórmula

10. (42)



15. son disueltas, durante 16 horas a 80°C, con 8 partes de carbonato potásico y 9 partes de gamma-bromobutironitrilo en 100 partes de metiletilcetona. La mezcla reaccional, enfriada a temperatura ambiente, se trata luego con 100 partes de alcohol metilico, y el producto precipitado de la fórmula

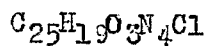


10. se mucha y se lava luego con alcohol metílico.

Para eliminar la parte básica existente, se pone en suspensión el producto bruto en 100 partes de agua, se regula ácido con ácido clorhídrico diluido y después de esto se mucha de nuevo y se lava hasta neutralidad con agua. Rendimiento,

15. tras secado en vacío a 90°C, 16,45 partes.

El producto de análisis, recristalizado en benceno-metanol, funde entre 155 a 156°C.



calculado: C 65,43 H 4,17 N 12,21

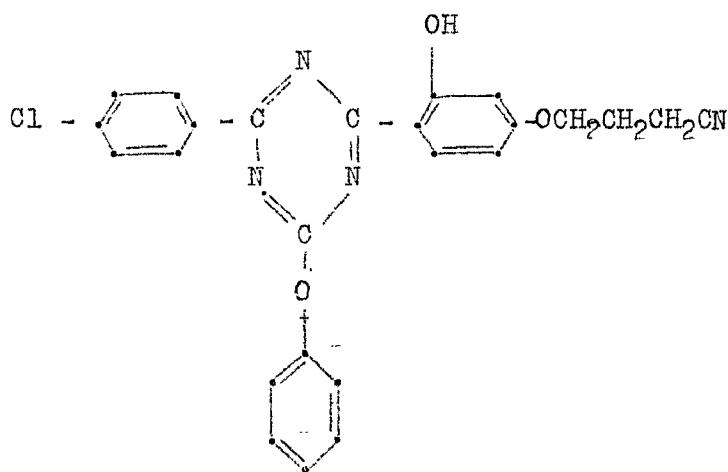
20. hallado : C 65,47 H 4,22 N 12,44

El método anteriormente descrito es aplicable de manera totalmente análoga para los sistemas acetona/carbonato potásico y sulfóxido dimetílico/carbonato potásico.



De manera análoga puede prepararse el compuesto de la fórmula

(44)

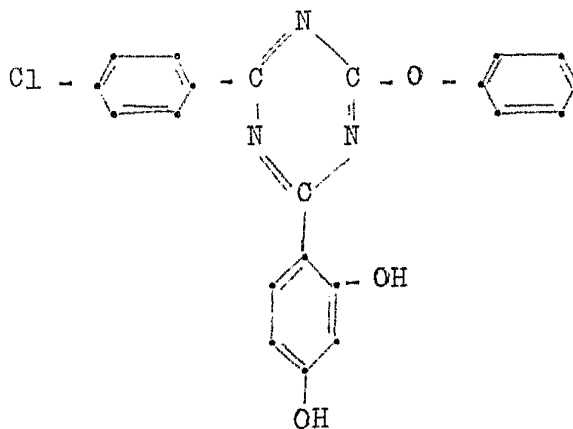


10. EJEMPLO 3

11,75 partes del compuesto de la fórmula

(42)

15.

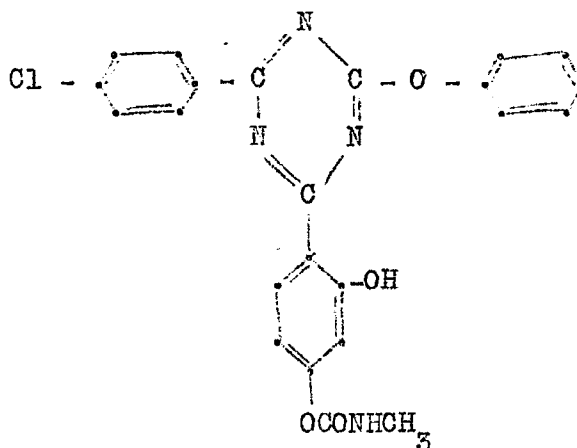




310679

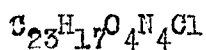
- se disuelven en 120 partes de benceno y 12 partes de dietilamina. Después de adición de 2,4 partes de isocianato metílico a la solución clara, se inicia en el acto la cristalización del producto final. Para completar la reacción se agita, a 80°C, durante 3 horas; se enfría luego la mezcla reaccional a temperatura ambiente y se trata con 120 partes de éter de petróleo. El producto, prácticamente incoloro, de la fórmula

(45)



10.

15. se mucha, se lava luego con éter de petróleo y se seca en vacío. Rendimiento, 9,6 partes (71,2% de la teoría). El producto bruto funde entre 202 a 203,5°C y muestra los valores de análisis siguientes:



20.

Calculado: C 61,54 H 3,87 N 12,48
Hallado : C 61,67 H 3,83 N 12,37.



310679

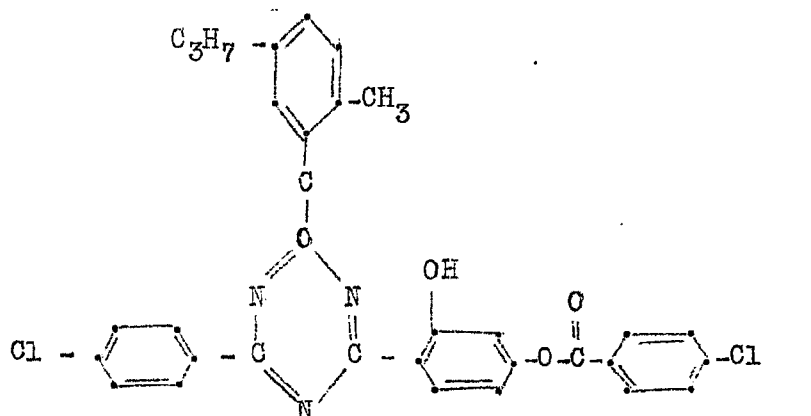
E J E M P L O 4

(Esterificación)

- 11,2 partes de 2-(4'-clorofenil)-4-(2'-metil-4'-isopropil-feniloxi)-6-(2',4'-dihidroxifenil)-1,3,5-triazina se disuelven, entre 18 a 22°C, en 120 partes de acetona y 30 partes de
5. piridina. En agitación, por encima de 30 minutos, se adiciona una solución de 4,7 partes de cloruro de 4'-clorobenzoilo en 30 partes de acetona y se disuelve, durante 8 horas cada vez, entre 18° a 22°C, entre 40 a 45° y a reflujo. Luego se esparce en 500 partes de agua, se nucha y se lava con 1000 partes de
10. agua. De esta forma se obtienen 13,3 partes del compuesto de la fórmula

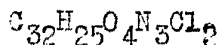
(46)

15.



20. que tras una sola recrystalización en cloruro de metileno-alcohol, funde entre 168 a 169°C.

310679



calculado: C 65,54 H 4,30 N 7,17

hallado : C 65,45 H 4,26 N 7,29

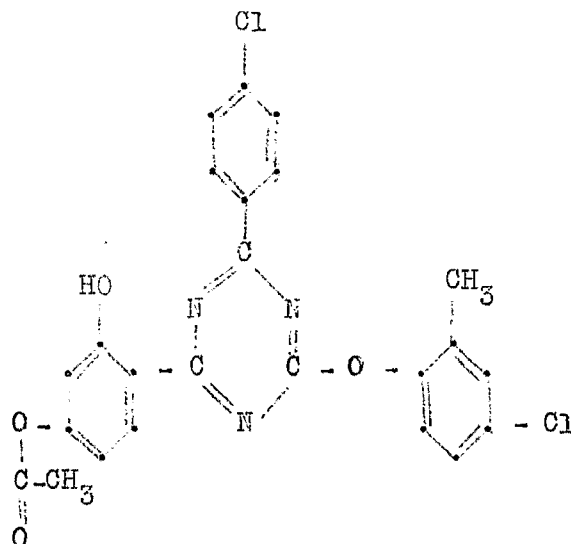
EJEMPLO 5

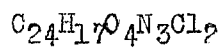
5. 13,5 partes de 2-(4'-clorofenil)-4-(2'-metil-4'-clorofenil)-6-(2',4'-dihidroxifenil)-1,3,5-triazina se calientan a 120°C en 100 partes de clorobenceno y se tratan con 3,4 partes de anhídrido acético. Después de 3 horas a 120°C, se trata la mezcla reaccional a 80°C con 250 partes de alcohol, y se enfria en baño de hielo. El producto cristalino, filtrado a la trompa, se lava con 50 partes de alcohol y se seca. Rendimiento, 13,5 partes; punto de fusión: de 187 a 189°.

(176)

15.

20.



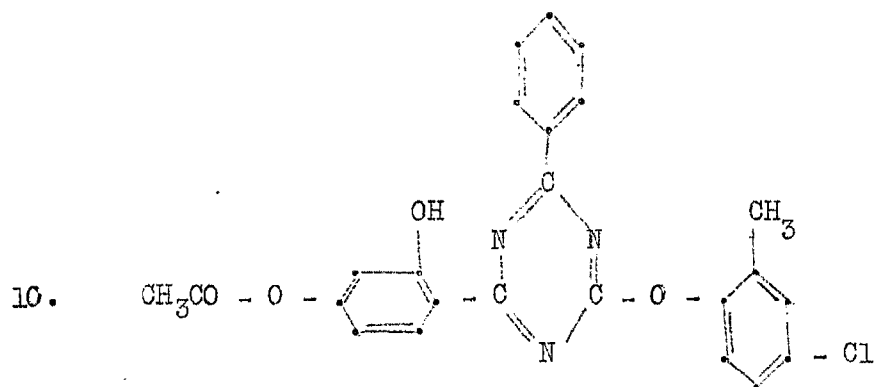


Calculado: 59,77 H 3,55 N 8,71

Hallado : 59,81 H 3,35 N 8,83.

5. De manera análoga puede prepararse el compuesto

(47)





I	II	III	IV
48		242-243°	64.38 3.60 10.72 64.04 3.61 10.58 $C_{21}H_{14}O_3N_3Cl$
49		182-183°	65.79 4.32 10.01 65.77 4.45 10.03 $C_{23}H_{18}O_3N_3Cl$
50		183-184°	69.78 4.18 8.72 70.07 4.23 8.84 $C_{28}H_{20}O_3N_3Cl$
51		191-192°	65.11 3.97 10.35 64.68 4.03 10.36 $C_{22}H_{16}O_3N_3Cl$



5
10.
15.
20.
25.

I	II	III	IV
52		167-168°	<p>72.16 5.30 10.52 72.39 5.30 10.61</p> <p>$C_{24}H_{21}O_3N_3$</p>
53		181-182°	<p>75.47 5.02 9.11 75.20 5.18 8.87</p> <p>$C_{29}H_{23}O_3N_3$</p>
54		174-175°	<p>70.58 4.23 11.76 70.65 4.35 11.79</p> <p>$C_{21}H_{15}O_3N_3$</p>
55		191-191.5°	<p>71.67 4.97 10.90 71.46 4.96 10.84</p> <p>$C_{23}H_{19}O_3N_3$</p>

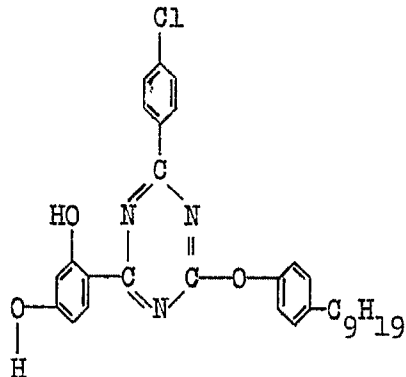
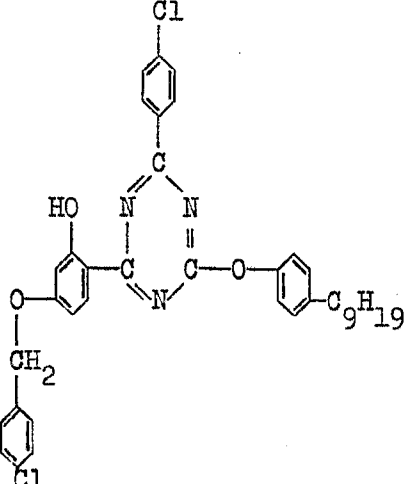
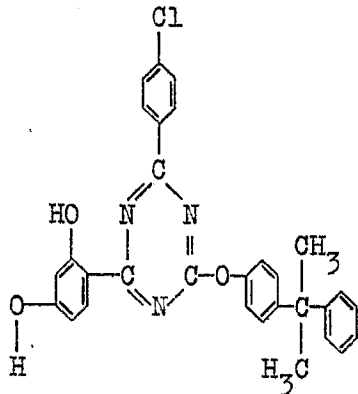


I	II	III	IV
56		161-162°	<p>75.05 4.92 9.38 75.15 4.73 9.39</p> <p>$C_{28}H_{21}O_3N_3$</p>
57		181-181,5°	<p>72.87 4.15 9.11 72.91 4.44 9.12</p> <p>$C_{28}H_{19}O_4N_3$</p>
58		189-191°	<p>66.66 4.38 13.52 66.70 4.40 13.70</p> <p>$C_{23}H_{18}O_4N_4$</p>
59		187-189°	<p>70.58 4.23 11.76 70.90 4.50 11.70</p> <p>$C_{28}H_{20}O_4N_4$</p>



I	II	III	IV
5. 60		159-161°	<p>70.29 6.29 10.93 70.10 6.20 11.30</p> <p>$C_{30}H_{32}O_4N_4$</p>
10. 61		110-111°	<p>67.71 4.77 9.48 67.95 4.85 9.52</p> <p>$C_{25}H_{21}O_5N_3$</p>
15. 62		160,5-161°	<p>71.15 4.61 11.32 71.31 4.76 11.11</p> <p>$C_{22}H_{17}O_3N_3$</p>
20. 25. 63		148°	<p>68.02 4.34 9.52 68.23 4.26 9.72</p> <p>$C_{25}H_{19}N_3O_5$</p>

310679

I	II	III	IV
5. 64		155-156°	<p>69.55 6.23 8.11 69.27 6.54 8.10</p> <p>$C_{30}H_{32}O_3N_3Cl$</p>
10. 15. 65		139-140°	<p>68.57 5.91 6.66 68.81 5.83 6.32</p> <p>$C_{36}H_{37}O_3N_3Cl_2$</p>
20. 25. 66		115-116°	<p>70.65 4.74 8.24 70.54 5.06 8.40</p> <p>$C_{30}H_{24}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
5. 67		139-140°	<p>71.05 5.00 8.02 71.08 5.25 7.73</p> <p>$C_{31}H_{26}O_3N_3Cl$</p>
10. 68		209-210°	<p>62.64 3.82 9.96 62.49 3.90 9.76</p> <p>$C_{22}H_{16}O_4N_3Cl$</p>
20. 69		182-183°	<p>63.38 4.16 9.64 63.49 4.02 9.70</p> <p>$C_{23}H_{18}O_4N_3Cl$</p>



5.
10.
15.
20.
25.

I	II	III	IV
70		170-171°	<p>67.60 5.24 9.10 67.57 5.32 9.06</p> <p>$C_{26}H_{24}O_3N_3Cl$</p>
71		127-128°	<p>67.47 6.04 7.87 67.57 6.05 7.82</p> <p>$C_{30}H_{32}O_4N_3Cl$</p>
72		112-113°	<p>67.60 5.24 9.10 67.90 5.68 8.94</p> <p>$C_{26}H_{24}O_3N_3Cl$</p>



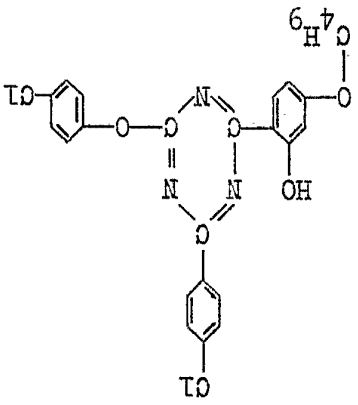
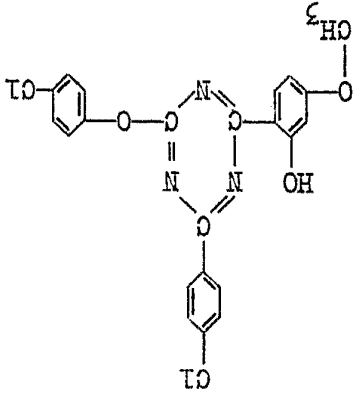
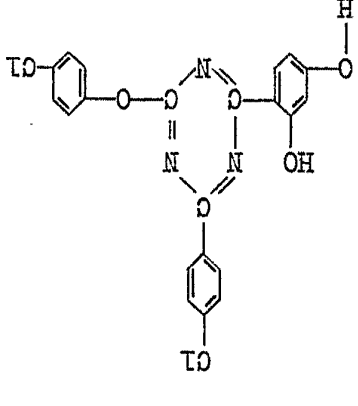
I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>73</p>		<p>126-127°</p>	<p>68.23 5.51 8.83 68.76 5.72 8.77</p> <p>$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>74</p>		<p>232-233°</p>	<p>65.11 3.97 10.35 65.04 4.19 10.18</p> <p>$C_{22}H_{16}O_3N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>75</p>		<p>211-212°</p>	<p>65.79 4.32 10.01 65.86 4.14 9.91</p> <p>$C_{23}H_{18}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
76		170-171°	<p>67.60 5.24 9.10 67.57 5.32 9.06</p> <p>$C_{26}H_{24}O_3N_3Cl$</p>
77		134-135°	<p>69.55 6.23 8.11 69.46 6.30 8.03</p> <p>$C_{30}H_{32}O_3N_3Cl$</p>
78		182-183°	<p>70.23 4.47 8.47 70.34 4.68 8.63</p> <p>$C_{29}H_{22}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
5. 79		133-134°	<p>71.12 7.02 7.32 71.38 7.16 7.41</p> <p>$C_{34}H_{40}O_3N_3Cl$</p>
10. 15. 80		186-187°	<p>65.67 3.99 7.92 65.77 4.38 7.89</p> <p>$C_{29}H_{21}O_3N_3Cl_2$</p>
20. 25. 81		123-124°	<p>72.98 7.96 6.38 73.15 8.19 6.55</p> <p>$C_{40}H_{52}O_3N_3Cl$</p>

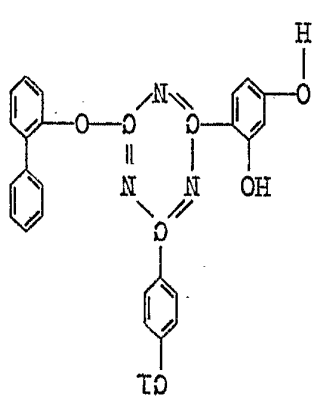
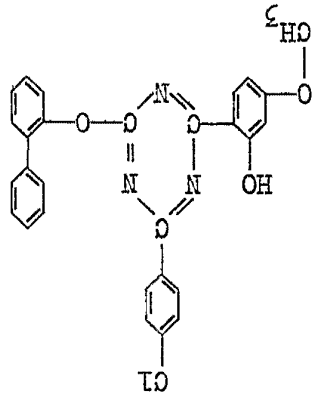
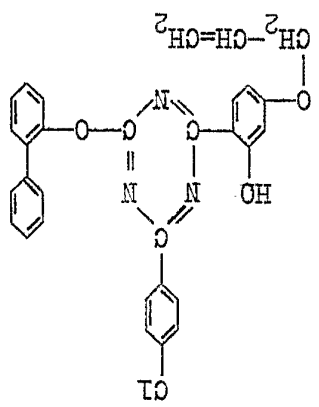
84		160-161°	$C_{25}H_{21}O_3N_3Cl_2$ 62.25 4.39 8.71 62.33 4.48 8.77
83		198-199°	$C_{22}H_{15}O_3N_3Cl_2$ 60.02 3.43 9.54 59.95 3.44 9.68
82		266-267°	$C_{21}H_{13}O_3N_3Cl_2$ 59.17 3.07 9.86 59.24 3.30 10.04
I	II	III	IV

310679 - 70 -





I	II	III	IV
5. 85		129-130°	<p>64.69 5.43 7.80 64.96 5.69 7.97</p> <p>$C_{29}H_{29}O_3N_3Cl_2$</p>
10. 15. 86		149-150°	<p>61.82 3.67 9.01 62.05 3.55 9.03</p> <p>$C_{24}H_{17}O_3N_3Cl_2$</p>
20. 25. 87		115-116°	<p>69.01 7.28 6.19 69.24 7.56 6.21</p> <p>$C_{39}H_{49}O_3N_3Cl_2$</p>

<p>I</p> <p>88</p> <p>10.</p>	 <p>88</p> <p>229-230°</p> <p>C₂₇H₁₈O₂N₄Cl</p> <p>8.98 3.88 3.93 9.04</p> <p>69.31 3.88 3.93 9.04</p>	<p>III</p>	<p>IV</p>
<p>15.</p> <p>89</p>	 <p>89</p> <p>191-192°</p> <p>C₂₈H₂₀O₃N₄Cl</p> <p>8.72 4.18 4.47 8.60</p> <p>69.78 4.18 4.47 8.60</p>	<p>III</p>	<p>IV</p>
<p>20.</p> <p>90</p> <p>25.</p>	 <p>90</p> <p>119-120°</p> <p>C₃₅H₃₄O₃N₄Cl</p> <p>7.24 5.91 5.86 7.26</p> <p>72.46 5.91 5.86 7.26</p>	<p>III</p>	<p>IV</p>



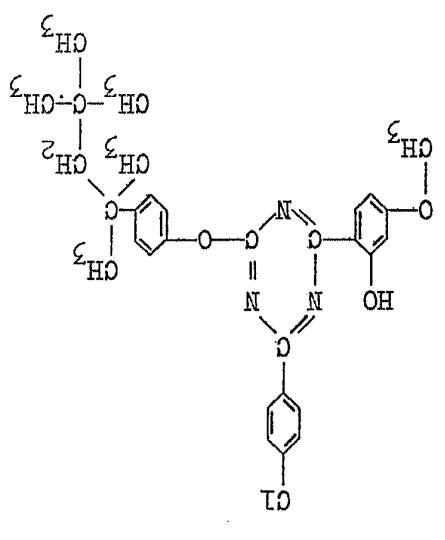
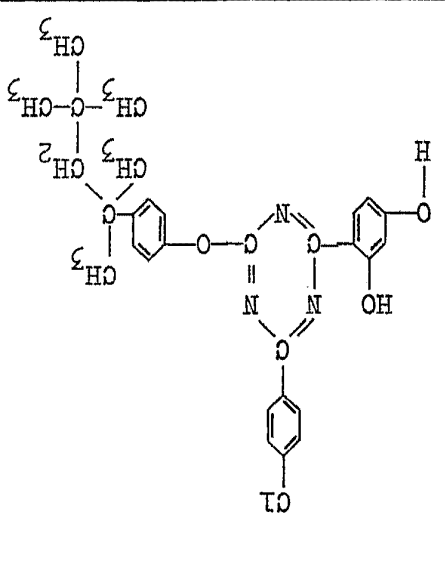
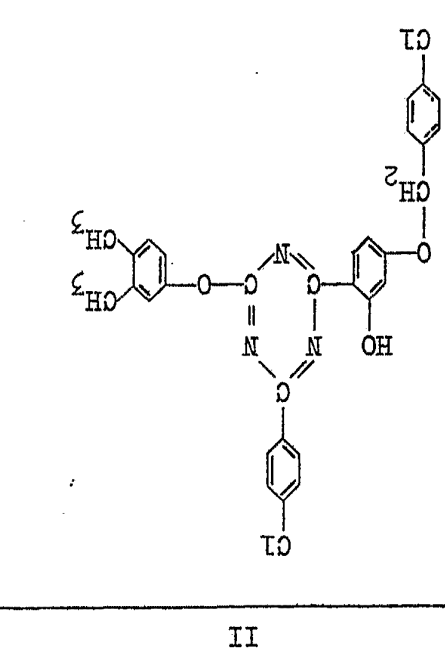
310679



I	II	III	IV
<p>5</p> <p>10</p> <p>91</p>		<p>167-168°</p>	<p>73.18 4.34 7.53</p> <p>73.26 4.50 7.24</p> <p>$C_{34}H_{24}O_3N_3Cl$</p>
<p>15.</p> <p>20.</p> <p>92</p>		<p>202-203°</p>	<p>62.14 3.91 9.06</p> <p>61.61 4.00 9.04</p> <p>$C_{24}H_{18}O_5N_3Cl$</p>
<p>25.</p> <p>93</p>		<p>166-167°</p>	<p>60.77 3.48 12.88</p> <p>60.17 3.36 13.30</p> <p>$C_{22}H_{15}O_4N_4Cl$</p>



I	II	III	IV
94		230-231°	<p>65.79 4.32 10.01 65.95 4.53 9.93</p> <p>$C_{23}H_{18}O_3N_3Cl$</p>
95		152-153°	<p>70.65 4.74 8.24 70.41 4.72 8.26</p> <p>$C_{30}H_{24}O_3N_3Cl$</p>
96		106-107°	<p>71.47 7.20 7.14 71.41 7.38 7.29</p> <p>$C_{35}H_{42}O_3N_3Cl$</p>

<p>99</p> 	<p>179-180°</p> <p>69.55 6.23 8.11 69.68 5.98 8.16 C₃₀H₃₂O₃N₃Cl</p>	<p>98</p> 	<p>208-209°</p> <p>69.11 6.00 8.34 69.05 6.10 8.46 C₂₉H₃₀O₃N₃Cl</p>	<p>97</p> 	<p>180-181°</p> <p>66.18 4.26 7.47 66.77 4.34 7.47 C₃₀H₂₃O₃N₃Cl₂</p>
<p>I</p>	<p>II</p>	<p>III</p>	<p>IV</p>	<p>17</p>	

25.
20.
15.
10.
5.





I	II	III	IV
5	<p>100</p>	<p>170-171°</p>	<p>72.77 6.11 7.07 73.07 6.24 6.96</p> <p>$C_{36}H_{36}O_3N_3Cl$</p>
10.	<p>101</p>	<p>71- 72°</p>	<p>73.24 8.10 6.25 73.37 8.16 6.14</p> <p>$C_{41}H_{54}O_3N_3Cl$</p>
20.	<p>102</p>	<p>262-263°</p>	<p>61.82 3.67 9.01 61.73 3.95 9.28</p> <p>$C_{23}H_{17}O_3N_3Cl_2$</p>
25.			



I	II	III	IV
5. 103		221-222°	<p>61.55 4.09 8.89 61.51 4.04 8.97</p> $C_{24}H_{19}O_3N_3Cl_2$
10. 15. 104		139-140°	<p>65.72 5.87 7.42 65.58 5.87 7.57</p> $C_{31}H_{33}O_3N_3Cl_2$
20. 25. 105		231-232°	<p>63.01 3.75 7.11 62.72 3.93 7.27</p> $C_{31}H_{22}O_3N_3Cl_2$



I	II	III	IV
5. 106		209-210°	<p>68.42 5.10 8.87 68.31 5.36 8.81</p> <p>$C_{27}H_{24}O_3N_3Cl$</p>
10. 15. 107		169-170°	<p>68.92 5.37 8.61 68.62 5.42 8.54</p> <p>$C_{28}H_{26}O_3N_3Cl$</p>
20. 25. 108		143-144°	<p>71.72 6.88 7.17 71.60 6.85 7.12</p> <p>$C_{35}H_{40}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
5. 109		176-177°	72.40 5.36 7.45 72.47 5.35 7.42 $C_{34}H_{30}O_3N_3Cl$
10. 15. 110		250-251°	69.31 3.88 8.98 69.41 4.10 9.15 $C_{27}H_{18}O_3N_3Cl$
20. 25. 111		225-226°	69.78 4.18 8.72 69.89 3.89 8.74 $C_{28}H_{20}O_3N_3Cl$



I	II	III	IV
5.	<p>112</p> <p>$C_{35}H_{34}O_3N_2Cl$</p>	186-187°	<p>72.46 5.91 7.24</p> <p>72.52 6.04 7.42</p> <p>$C_{35}H_{34}O_3N_2Cl$</p>
10.	<p>113</p> <p>$C_{25}H_{16}O_3N_2Cl$</p>	237-238°	<p>67.85 3.65 9.51</p> <p>67.27 3.59 9.28</p> <p>$C_{25}H_{16}O_3N_2Cl$</p>
20.	<p>114</p> <p>$C_{33}H_{32}O_3N_2Cl$</p>	114-115°	<p>71.53 5.82 7.58</p> <p>71.28 5.91 7.40</p> <p>$C_{33}H_{32}O_3N_2Cl$</p>
25.			



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>115</p>		<p>112-113°</p>	<p>74.38 7.55 6.05</p> <p>74.29 7.62 6.20</p> <p>$C_{43}H_{52}O_3N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p>		<p>182-183°</p>	<p>65.97 4.20 7.96</p> <p>66.07 4.10 7.93</p> <p>$C_{29}H_{22}O_5N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p>		<p>128-129°</p>	<p>70.41 5.68 9.48</p> <p>70.46 5.76 9.60</p> <p>$C_{26}H_{25}O_4N_3$</p>

310879



5.

10.

15.

20.

25.

I	II	III	IV
118		154-156°	<p>70.88 5.95 9.19 70.94 5.92 9.50</p> <p>$C_{27}H_{27}O_4N_3$</p>
119		> 300°	<p>70.76 6.84 7.50 70.70 7.10 7.20</p> <p>$C_{33}H_{38}O_3N_3Cl$</p>
120		214-215°	<p>66.98 5.82 8.08 66.66 5.80 8.01</p> <p>$C_{29}H_{30}N_3O_4Cl$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>121</p>		<p>219-220°</p>	<p>67.47 6.04 7.87 67.65 5.91 7.81</p> <p>$C_{30}H_{32}O_4N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>122</p>		<p>194-195°</p>	<p>69.55 6.35 7.16 69.59 6.15 7.27</p> <p>$C_{33}H_{38}O_4N_3Cl \cdot \frac{1}{2}C_6H_6$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>123</p>		<p>114-115°</p>	<p>70.29 7.33 6.65 70.11 7.37 6.65</p> <p>$C_{37}H_{46}N_3O_4Cl$</p>



5.

10.

15.

20.

25.

I	II	III	IV
124		185-186°	<p>68.34 6.06 6.83 68.35 6.15 6.87</p> <p>$C_{32}H_{34}N_3O_5Cl \cdot \frac{1}{2}C_6H_6$</p>
125		218-219°	<p>72.15 6.06 6.47 71.62 6.05 6.31</p> <p>$C_{36}H_{36}O_4N_3Cl \cdot \frac{1}{2}C_6H_6$</p>
126		108-109°	<p>65.72 5.52 6.97 65.12 5.86 7.06</p> <p>$C_{33}H_{36}O_6N_3Cl$</p>



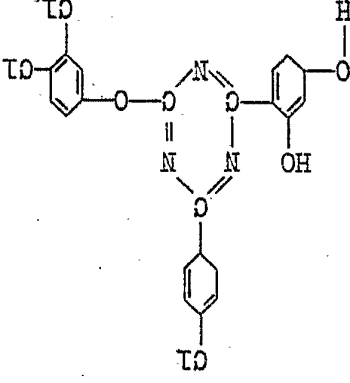
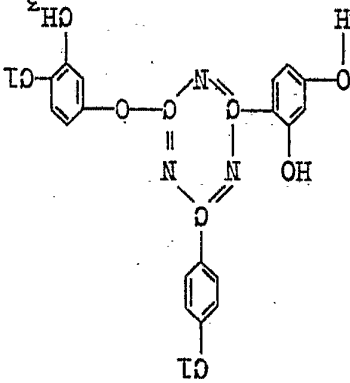
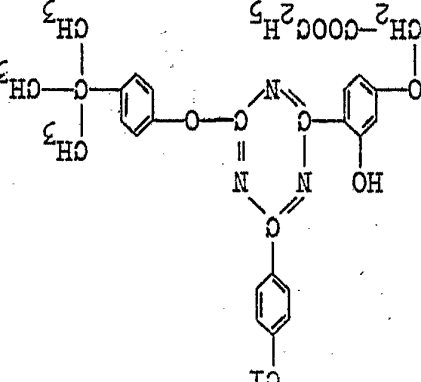
I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>127</p>		<p>178-179°</p>	<p>67.04 4.95 9.38 67.12 5.01 9.27</p> <p>$C_{25}H_{22}O_3N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>128</p> <p>15.</p>		<p>164-165°</p>	<p>68.13 5.51 8.83 68.20 5.50 8.54</p> <p>$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>129</p> <p>25.</p>		<p>190-191°</p>	<p>71.43 5.25 7.81 71.35 5.34 7.53</p> <p>$C_{32}H_{28}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
5.	<p>130</p>	145-146°	<p>69.38 5.62 8.37 69.47 5.72 8.26</p> <p>$C_{29}H_{28}O_3N_3Cl$</p>
10.	<p>131</p>	166-67°	<p>70.52 7.04 6.67 70.74 6.88 6.71</p> <p>$C_{37}H_{44}O_4N_3Cl$</p>
20.	<p>132</p>	90-91°	<p>70.63 6.22 6.18 70.84 6.31 5.99</p> <p>$C_{40}H_{42}O_5N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>133</p>		<p>120-121°</p>	<p>65.92 5.33 8.54</p> <p>66.15 5.15 9.09</p> <p>$C_{27}H_{26}O_4N_2Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>134</p>		<p>117-118°</p>	<p>70.68 6.94 7.64</p> <p>70.76 6.84 7.50</p> <p>$C_{33}H_{38}O_3N_2Cl$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>135</p>		<p>79-80°</p>	<p>73.74 8.35 6.00</p> <p>73.74 8.40 5.97</p> <p>$C_{43}H_{58}O_3N_2Cl$</p>

<p>138</p>		<p>254-255°</p>	<p>54.75 2.63 9.12 54.84 2.72 9.06 C₂₁H₁₂O₃N₄Cl₃</p>
<p>137</p>		<p>252-253°</p>	<p>60.02 3.43 9.54 60.18 3.62 9.71 C₂₂H₁₅O₃N₄Cl₂</p>
<p>136</p>		<p>94-95°</p>	<p>65.23 5.29 7.87 65.21 5.01 7.92 C₂₉H₂₈O₅N₄Cl</p>
<p>I</p>	<p>II</p>	<p>III</p>	<p>IV</p>

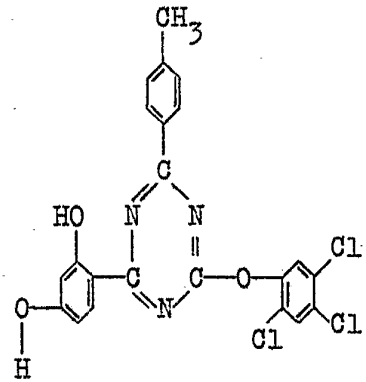
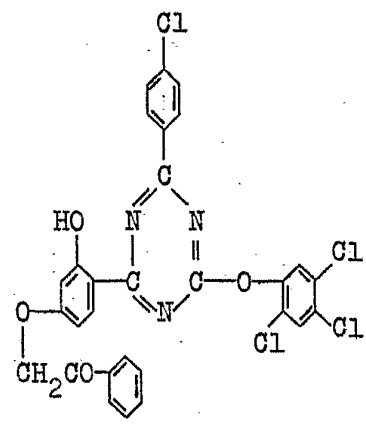
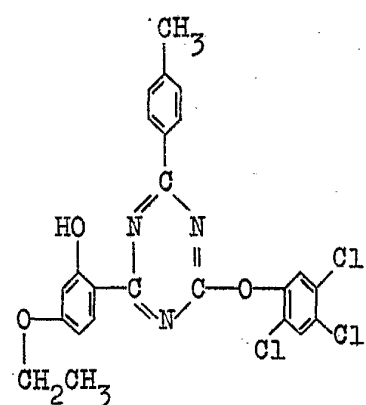
310679





I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>139</p>		<p>283-284°</p>	<p>57.74 3.00 12.83</p> <p>57.91 3.09 12.65</p> <p>C₂₁H₁₃O₅N₄Cl</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>140</p>		<p>186-187°</p>	<p>68.50 3.98 9.22</p> <p>68.25 4.12 9.32</p> <p>C₂₆H₁₈O₃N₃Cl</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>141</p>		<p>240-241°</p>	<p>50.94 2.24 8.49</p> <p>50.82 2.54 8.36</p> <p>C₂₁H₁₁O₃N₃Cl₄</p>



I	II	III	IV	17
5.	<p>142</p> 	241-242°	<p>55.56 3.50 8.10 55.84 3.75 8.01</p> <p>$C_{22}H_{14}O_3N_3Cl_3 \cdot \frac{1}{2}C_4H_8O_2$</p>	
10.	<p>143</p> 	202-208°	<p>56.80 2.79 6.85 56.51 2.62 7.17</p> <p>$C_{29}H_{17}O_4N_3Cl_4$</p>	
20.	<p>144</p> 	194-197°	<p>57.33 3.61 8.36 57.43 3.54 8.07</p> <p>$C_{24}H_{18}O_3N_3Cl_3$</p>	

I	II	III	IV
5. 145		286-287°	<p>44.72 1.61 7.45 44.88 1.57 7.57</p> <p>$C_{21}H_9O_3N_3Cl_6$</p>
10. 15. 146		283-285°	<p>44.48 1.95 9.02 44.78 1.94 9.04</p> <p>$C_{23}H_{12}O_4N_4Cl_6$</p>
20. 147		169-170°	<p>56.40 5.22 5.06 56.48 5.14 4.81</p> <p>$C_{39}H_{43}O_4N_3Cl_6$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>148</p>		<p>193-194°</p>	<p>65.11 3.97 10.35</p> <p>65.31 4.24 10.41</p> <p>$C_{22}H_{16}O_3N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>149</p>		<p>156-158°</p>	<p>66.50 4.70 9.70</p> <p>66.40 4.80 9.70</p> <p>$C_{24}H_{20}O_3N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>150</p> <p>25.</p>		<p>104-105°</p>	<p>69.55 6.23 8.11</p> <p>69.79 6.49 8.13</p> <p>$C_{30}H_{32}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
5.	<p>151</p>	<p>116-118°</p>	<p>67.34 4.52 9.42 67.57 4.64 9.58</p> <p>$C_{25}H_{20}O_3N_3Cl$</p>
10.	<p>152</p>	<p>147-149°</p>	<p>70.23 4.47 8.47 70.29 4.65 8.44</p> <p>$C_{29}H_{22}O_3N_3Cl$</p>
20.	<p>153</p>	<p>170-171°</p>	<p>63.30 4.20 8.70 63.40 4.30 8.80</p> <p>$C_{25}H_{20}O_5N_3Cl$; x 1/10 C_6H_6</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>154</p>		<p>212-213°</p>	<p>65.20 4.00 10.40</p> <p>65.20 4.15 10.40</p> <p>$C_{22}H_{16}O_3N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>155</p>		<p>192-193°</p>	<p>65.79 4.32 10.01</p> <p>65.73 4.35 10.13</p> <p>$C_{23}H_{18}O_3N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>156</p>		<p>135-137°</p>	<p>67.60 5.24 9.10</p> <p>67.80 5.34 9.33</p> <p>$C_{26}H_{24}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV									
5. 157		136-137°	<table border="0"> <tr> <td>67.34</td> <td>4.52</td> <td>9.42</td> </tr> <tr> <td>67.38</td> <td>4.57</td> <td>9.29</td> </tr> <tr> <td colspan="3">$C_{25}H_{20}O_3N_3Cl$</td> </tr> </table>	67.34	4.52	9.42	67.38	4.57	9.29	$C_{25}H_{20}O_3N_3Cl$		
67.34	4.52	9.42										
67.38	4.57	9.29										
$C_{25}H_{20}O_3N_3Cl$												
10. 158		175-176°	<table border="0"> <tr> <td>70.23</td> <td>4.47</td> <td>8.47</td> </tr> <tr> <td>70.35</td> <td>4.56</td> <td>8.43</td> </tr> <tr> <td colspan="3">$C_{29}H_{22}O_3N_3Cl$</td> </tr> </table>	70.23	4.47	8.47	70.35	4.56	8.43	$C_{29}H_{22}O_3N_3Cl$		
70.23	4.47	8.47										
70.35	4.56	8.43										
$C_{29}H_{22}O_3N_3Cl$												
20. 159		175-176°	<table border="0"> <tr> <td>62.83</td> <td>4.22</td> <td>8.79</td> </tr> <tr> <td>62.95</td> <td>4.42</td> <td>8.70</td> </tr> <tr> <td colspan="3">$C_{25}H_{20}O_5N_3Cl$</td> </tr> </table>	62.83	4.22	8.79	62.95	4.42	8.70	$C_{25}H_{20}O_5N_3Cl$		
62.83	4.22	8.79										
62.95	4.42	8.70										
$C_{25}H_{20}O_5N_3Cl$												



I	II	III	IV 17.
5. 160	<p>Cl HO OCH₃ H</p>	215-216°	62.64 3.82 9.96 62.80 3.87 9.77 C ₂₂ H ₁₆ O ₄ N ₃ Cl
10. 15. 161	<p>Cl HO OCH₃ (CH₂)₃Cl</p>	163-165°	60.25 4.25 8.43 60.18 4.15 8.43 C ₂₅ H ₂₁ O ₄ N ₃ Cl ₂
20. 25. 162	<p>Cl HO OCH₃ OH</p>	185-187°	64.28 3.72 7.75 63.99 3.90 7.54 C ₂₉ H ₂₀ O ₆ N ₃ Cl



I	II	III	IV
5.	<p>163</p>	<p>163-165°</p>	<p>68.65 7.45 7.81 68.43 7.60 7.68</p> <p>$C_{41}H_{53}O_5N_4Cl$</p>
10.	<p>164</p>	<p>120-122° 159-161°</p>	<p>63.87 4.33 11.46 63.92 4.38 11.63</p> <p>$C_{26}H_{21}O_4N_4Cl$</p>
20.	<p>165</p>	<p>186-187°</p>	<p>64.07 4.48 9.34 64.28 4.35 9.24</p> <p>$C_{24}H_{20}O_4N_3Cl$</p>
25.			



I	II	III	IV									
5.	<div style="text-align: center;"> </div>	213-214°	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">67.04</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">4.95</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">9.38</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">67.03</td> <td style="text-align: center;">5.25</td> <td style="text-align: center;">9.46</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center; padding-top: 10px;"> $C_{25}H_{22}O_3N_3Cl$ </td> </tr> </table>	67.04	4.95	9.38	67.03	5.25	9.46	$C_{25}H_{22}O_3N_3Cl$		
67.04	4.95	9.38										
67.03	5.25	9.46										
$C_{25}H_{22}O_3N_3Cl$												
10.	<div style="text-align: center;"> </div>	125-126°	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">69.11</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">6.00</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">8.34</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">69.01</td> <td style="text-align: center;">5.88</td> <td style="text-align: center;">8.41</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center; padding-top: 10px;"> $C_{29}H_{30}O_3N_3Cl$ </td> </tr> </table>	69.11	6.00	8.34	69.01	5.88	8.41	$C_{29}H_{30}O_3N_3Cl$		
69.11	6.00	8.34										
69.01	5.88	8.41										
$C_{29}H_{30}O_3N_3Cl$												
15.	<div style="text-align: center;"> </div>	152-153°	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">68.13</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">5.51</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">8.83</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">67.93</td> <td style="text-align: center;">5.68</td> <td style="text-align: center;">8.92</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center; padding-top: 10px;"> $C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$ </td> </tr> </table>	68.13	5.51	8.83	67.93	5.68	8.92	$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$		
68.13	5.51	8.83										
67.93	5.68	8.92										
$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$												
20.	<div style="text-align: center;"> </div>	152-153°	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">68.13</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">5.51</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">8.83</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">67.93</td> <td style="text-align: center;">5.68</td> <td style="text-align: center;">8.92</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center; padding-top: 10px;"> $C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$ </td> </tr> </table>	68.13	5.51	8.83	67.93	5.68	8.92	$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$		
68.13	5.51	8.83										
67.93	5.68	8.92										
$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$												
25.	<div style="text-align: center;"> </div>	152-153°	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">68.13</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">5.51</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">8.83</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">67.93</td> <td style="text-align: center;">5.68</td> <td style="text-align: center;">8.92</td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center; padding-top: 10px;"> $C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$ </td> </tr> </table>	68.13	5.51	8.83	67.93	5.68	8.92	$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$		
68.13	5.51	8.83										
67.93	5.68	8.92										
$C_{27}H_{26}O_3N_3Cl$												



I	II	III	IV
5. 169		151-152°	<p>71.43 5.25 7.81 71.78 5.33 7.79</p> <p>$C_{32}H_{28}O_3N_3Cl$</p>
10. 15. 170		143-145° + (174-175°)	<p>66.35 5.35 8.92 66.30 5.46 8.85</p> <p>$C_{25}H_{22}O_3N_3Cl$; $1/2 C_2H_3OH$ $C_{25}H_{22}O_3N_3Cl$</p>
20. 25. 171		258-259°	<p>60.02 3.43 9.54 60.00 3.57 9.60</p> <p>$C_{22}H_{15}O_3N_3Cl_2$</p>



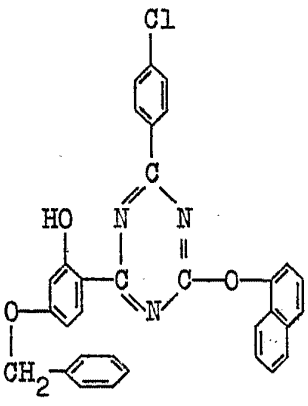
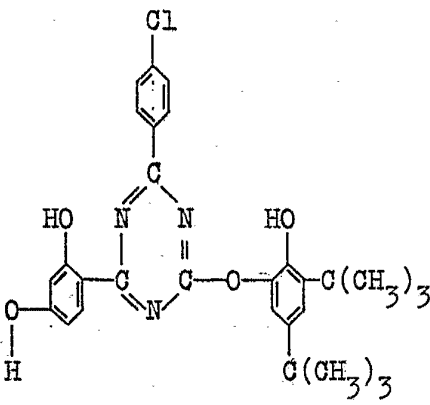
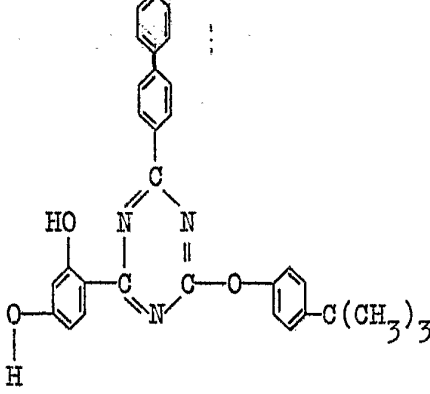
I	II	III	IV
5.	<div style="text-align: center;"> </div>	<p style="text-align: center;">180-182°</p>	<p style="text-align: center;">58.61 3.74 8.20 58.79 3.78 8.26</p> <p style="text-align: center;">$C_{25}H_{19}O_5N_3Cl_2$</p>
10.	<div style="text-align: center;"> </div>	<p style="text-align: center;">96- 98°</p>	<p style="text-align: center;">69.50 7.40 6.10 69.70 7.50 6.30</p> <p style="text-align: center;">$C_{40}H_{51}O_3N_3Cl_2$</p>
15.	<div style="text-align: center;"> </div>	<p style="text-align: center;">124-125°</p>	<p style="text-align: center;">65.22 5.66 7.61 64.94 5.75 7.79</p> <p style="text-align: center;">$C_{30}H_{31}O_3N_3Cl_2$</p>
25.			

310679



I	II	III	IV
5. 175		155-156°	<p>62.91 4.67 8.47 62.92 4.66 8.58</p> <p>$C_{26}H_{23}O_3N_3Cl_2$</p>
10. 15. 176		187-189°	<p>59.77 3.55 8.71 59.81 3.35 8.83</p> <p>$C_{24}H_{17}O_4N_3Cl_2$</p>
20. 25. 177		258-259°	<p>67.80 3.70 9.10 67.80 3.78 9.10</p> <p>$C_{25}H_{16}O_3N_3Cl$; $1/5 C_6H_5Cl$</p>



I	II	III	IV
5.	<p data-bbox="316 443 368 477">178</p> 	<p data-bbox="874 443 1002 477">195-197°</p>	<p data-bbox="1066 338 1353 371">72.25 4.17 7.90</p> <p data-bbox="1066 383 1353 416">72.32 4.26 8.20</p> <p data-bbox="1066 488 1257 533">$C_{32}H_{22}O_3N_3Cl$</p>
10.	<p data-bbox="316 913 368 947">179</p> 	<p data-bbox="874 913 1002 947">290-291°</p>	<p data-bbox="1066 808 1353 842">66.98 5.82 8.08</p> <p data-bbox="1066 853 1353 887">66.70 5.68 8.12</p> <p data-bbox="1066 981 1257 1025">$C_{29}H_{30}O_4N_3Cl$</p>
20.	<p data-bbox="316 1361 368 1395">180</p> 	<p data-bbox="874 1361 1002 1395">209-211°</p>	<p data-bbox="1066 1312 1353 1346">76.05 5.56 8.58</p> <p data-bbox="1066 1357 1353 1391">75.85 5.63 8.71</p> <p data-bbox="1066 1451 1257 1496">$C_{31}H_{27}O_3N_3$</p>
25.			



I	II	III	IV
<p>5. 181</p>		<p>203-205°</p>	<p>76.57 6.04 8.12 76.47 6.30 8.34</p> <p>$C_{33}H_{31}O_3N_3$</p>
<p>10. 182</p>		<p>157-158°</p>	<p>72.16 5.30 10.52 72.23 5.31 10.79</p> <p>$C_{24}H_{21}O_3N_3$</p>
<p>20. 183</p>		<p>149-151°</p>	<p>73.05 5.90 9.83 73.19 5.99 9.87</p> <p>$C_{26}H_{25}O_3N_3$</p>

310679

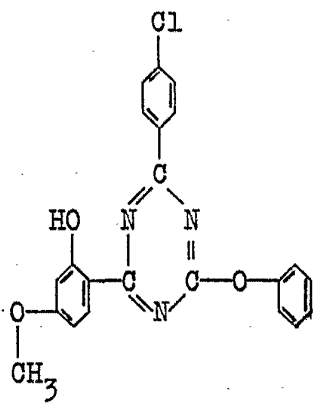
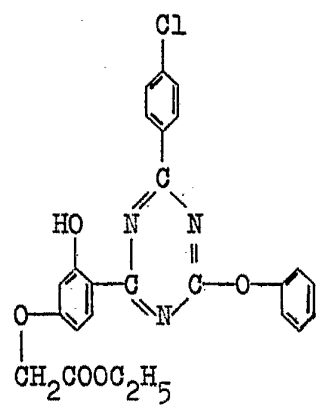
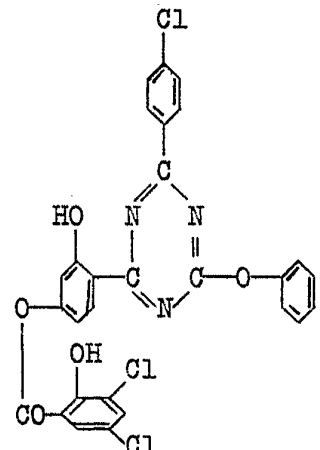


I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>184</p>		<p>149-150°</p>	<p>65.70 3.54 8.21</p> <p>65.87 3.37 8.29</p> <p>$C_{28}H_{18}O_5N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>185</p>		<p>202,5-204°</p>	<p>62.75 3.74 10.48</p> <p>62.76 3.81 10.42</p> <p>$C_{21}H_{14}O_3N_3Cl \cdot \frac{1}{2}H_2O$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>186</p>		<p>164,5-168°</p>	<p>65.79 4.32 10.01</p> <p>66.09 4.27 10.16</p> <p>$C_{23}H_{18}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV 47
5.	<p>187</p>	<p>189-190°</p>	<p>69.78 4.18 8.72 69.71 4.08 8.71</p> <p>$C_{28}H_{20}O_3N_3Cl$</p>
10.	<p>188</p>	<p>181-182°</p>	<p>67.81 3.66 8.47 68.04 3.73 8.46</p> <p>$C_{28}H_{18}O_4N_3Cl$</p>
20.	<p>189</p>	<p>127-128,5°</p>	<p>64.10 4.78 8.31 64.00 4.75 7.95</p> <p>$C_{27}H_{24}O_5N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>190</p>		<p>173.5-174.5</p>	<p>65.11 3.97 10.35</p> <p>65.32 4.19 10.39</p> <p>$C_{22}H_{16}O_3N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>191</p>		<p>158-159°</p>	<p>62.83 4.22 8.79</p> <p>62.58 4.21 8.88</p> <p>$C_{25}H_{20}O_5N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>192</p>		<p>234-235°</p>	<p>57.90 2.78 7.23</p> <p>58.02 2.72 7.11</p> <p>$C_{28}H_{16}O_5N_3Cl_3$</p>



I	II	III	IV
5. 193		233-235°	60.36 3.96 12.23 60.44 4.00 12.37 $C_{25}H_{17}O_4N_4Cl \cdot \frac{1}{2}H_2O$
10. 15. 194		234-241°	72.62 5.61 10.16 72.10 5.80 10.40 $C_{25}H_{23}O_3N_3$
20. 25. 195		149.5-153°	73.45 6.16 9.52 73.54 6.29 9.67 $C_{27}H_{27}O_3N_3$



I	II	III	IV
5.	<p>196</p>	89- 90°	<p>75.40 7.48 7.99 75.27 7.65 7.90</p> <p>$C_{33}H_{39}O_3N_3$</p>
10.	<p>197</p>	115-119°	<p>74.17 6.65 8.95 74.39 6.87 9.05</p> <p>$C_{29}H_{31}O_3N_3$</p>
20.	<p>198</p>	243-244°	<p>64.22 4.99 11.10 64.21 4.94 11.12</p> <p>$C_{27}H_{25}O_4N_4Cl$</p>
25.			



I	II	III	IV
5.	199	70-71°	<p>77.01 8.56 6.74 76.76 8.70 6.83</p> <p>$C_{40}H_{53}O_3N_3$</p>
10.	200	160-161°	<p>72.98 5.14 10.21 72.91 5.21 10.16</p> <p>$C_{25}H_{21}O_3N_3$</p>
15.	201	212-213°	<p>73.70 4.21 10.31 73.54 4.22 10.35</p> <p>$C_{25}H_{17}O_3N_3$</p>
20.	202	166-167°	<p>74.47 4.86 9.65 74.10 4.92 9.79</p> <p>$C_{27}H_{21}O_3N_3$</p>
25.			



I	II	III	IV
5. 203		<p>117-120°</p> <p>175-176°</p>	<p>72.90 6.20 9.60</p> <p>72.70 6.30 9.50</p> <p>$C_{25}H_{23}O_3N_3; 1/4 C_6H_{12}$</p>
10. 204		<p>187-188°</p>	<p>73.50 6.20 9.50</p> <p>73.50 6.00 9.40</p> <p>$C_{27}H_{27}O_3N_3$</p>
15. 205		<p>171-173°</p>	<p>68.21 4.42 10.85</p> <p>68.39 4.59 10.65</p> <p>$C_{22}H_{17}O_4N_3$</p>
20. 206		<p>167-168°</p>	<p>68.81 4.77 10.47</p> <p>68.30 4.72 10.31</p> <p>$C_{23}H_{19}O_4N_3$</p>



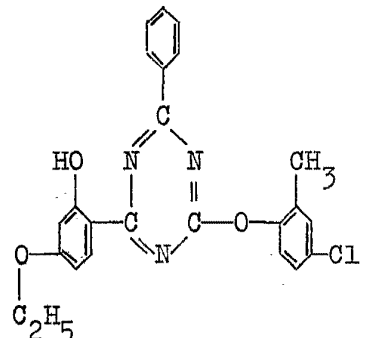
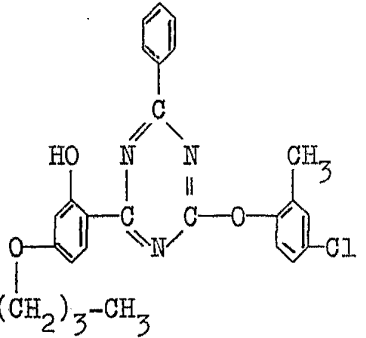
I	II	III	IV
5. 207		204-205°	<p>71.15 4.61 11.32 70.99 4.62 11.11</p> <p>$C_{22}H_{17}O_3N_3$</p>
10. 208		182-183°	<p>71.67 4.97 10.90 71.50 5.10 10.97</p> <p>$C_{23}H_{19}O_3N_3$</p>
15. 209		186-187°	<p>70.30 4.70 11.20 70.30 4.70 11.30</p> <p>$C_{22}H_{17}O_3N_3 \cdot 1/4 H_2O$</p>
20. 25. 210		165-167°	<p>72.16 5.30 10.52 71.97 5.22 10.70</p> <p>$C_{24}H_{21}O_3N_3$</p>



I	II	III	IV
5. 211		209-210°	<p>72.58 5.61 10.15 72.30 5.70 10.27</p> <p>$C_{25}H_{23}O_3N_3$</p>
10. 212		162-163°	<p>73.45 6.16 9.52 73.22 6.11 9.54</p> <p>$C_{27}H_{27}O_3N_3$</p>
15. 20. 213		245-246°	<p>73.30 6.60 7.90 73.30 6.80 8.10</p> <p>$C_{29}H_{31}O_4N_3; 1/2 C_7H_8$</p>
25. 214		208-210	<p>65.11 3.97 10.35 65.24 4.27 10.19</p> <p>$C_{22}H_{16}O_3N_3Cl$</p>

310679



I	II	III	IV
5.	<p data-bbox="311 414 367 459">215</p> 	<p data-bbox="869 414 997 459">178-180°</p>	<p data-bbox="1045 313 1340 392">66.30 4.62 9.69 65.96 4.55 9.70</p> <p data-bbox="1045 459 1236 515">$C_{24}H_{20}O_3N_4Cl$</p>
10.	<p data-bbox="311 817 367 862">216</p> 	<p data-bbox="869 817 997 862">175-176°</p>	<p data-bbox="1045 705 1340 795">67.20 5.40 8.90 67.20 5.30 9.00</p> <p data-bbox="1013 940 1220 996">$C_{26}H_{24}O_3N_4Cl$;</p> <p data-bbox="1109 996 1284 1052">1/4 C_2H_5OH</p>
15.			

310679



- 114 -

EJEMPLOS 6 y 7 asi como Tabla B

- Los compuestos reseñados en la siguiente Tabla B, de acuerdo con la fórmula general (23), pueden prepararse según procedimientos diferentes, entre los que son de citar el método directo (Ejemplo 6) y el método indirecto (Ejemplo 7) (transesterificación). Ambos métodos son explicados a continuación mediante ejemplos típicos.

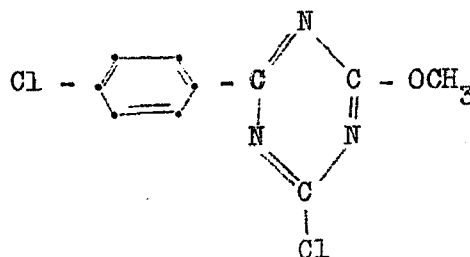
- Para las recetas de esterificación, esterificación y formación de uretano en el grupo p-hidroxílico véanse los Ejemplos 10. 2, 3, 4 y 5 y la Tabla A, así como el Ejemplo 11 y la Tabla C.

EJEMPLO 6

- 130,25 partes de 2-p-clorofenil-4,6-diclorotriazina se disuelven en 650 partes de dioxano. A ello se añaden 122 partes de metanol y 40 partes de agua. Luego, bajo agitación, se
15. adicionan en forma de gotas, a una temperatura de 35 a 40 °C, 20 partes de hidróxido sódico disuelto en 100 partes de agua, de manera que el valor de pH no se eleva por encima de 7. Al final de la adición de lejía se agita, a 40 °C, durante 1 hora; se trata luego la mezcla reaccional con 300 partes de agua y el producto precipitado de la fórmula



(218)



5.

se nucha a temperatura ambiente

El producto recristalizado en ciclohexano funde a 123-126°C. Mediante sublimación se alcanza un producto puro en el análisis, con punto de fusión de 127 a 128°C.

10.

77,7 partes del compuesto de la fórmula (218) y 33,4 partes de rosorcina se disuelven en 450 partes de nitrobenceno a 40°C. A ello se añaden, en el intervalo de 10 minutos, entre 20 y 25°C, 41 partes de cloruro de aluminio exento de agua; se calienta después la mezcla reaccional (40°C) para iniciar

15.

el desdoblamiento de ácido clorhídrico y se agita a dicha temperatura durante 20 horas. En la elaboración, la solución teñida de oscuro, se descompone en 2000 partes de agua helada; la fase de agua que queda se decanta y la fase de nitrobenceno se lava hasta neutralidad con agua fría. A continuación se

20.

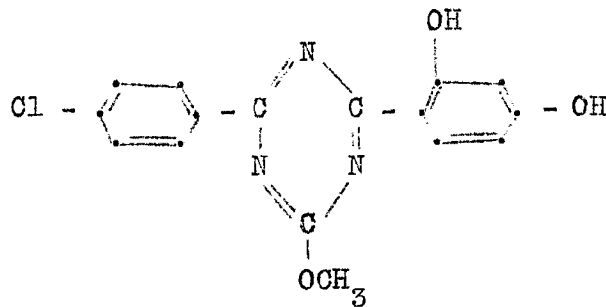
elimina el nitrobenceno por destilación con vapor de agua. El residuo se nucha y se seca.

Rendimiento: 91,2 partes.

El producto de análisis recristalizado en dioxano-agua de la fórmula

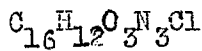


(219)



5.

funde a 232°C, bajo descomposición.



Calculado: C 58,28 H 3,67 N 12,74

10.

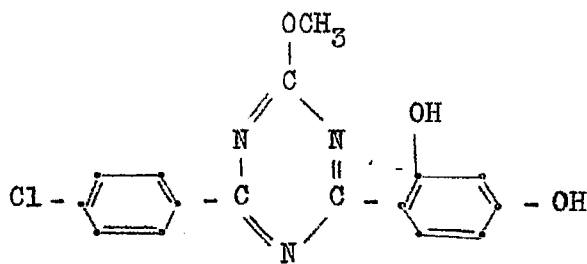
Hallado : C 58,01 H 3,73 N 12,53.

E J E M P L O 7

9 partes de 2-(4'-clorofenil)-4-(4'-tercibutilfenoxi)-6-(2',4'-dihidroxifenil)-1,3,5-triazina se disuelven, on reflujo durante 70 horas, en 120 partes de metanol con 0,1 partes de sodio metálico. A continuación se neutraliza a la temperatura de ebullición con ácido clorhídrico 2-n y se adiciona agua hasta turbidez permanente. Al enfriar, se separa por cristalización, en rendimiento prácticamente cuantitativo, el producto de la fórmula

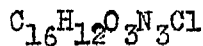


(220)



5.

que funde, sin purificación adicional, a 232°C y muestra el siguiente análisis:



Calculado: C 58,28 H 3,67 N 12,74

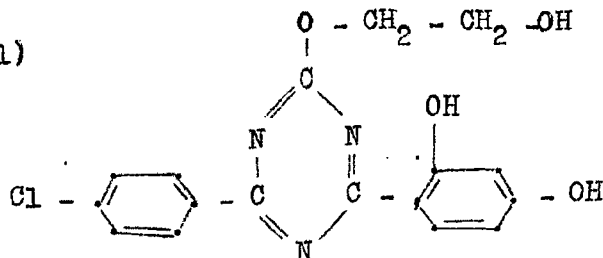
Hallado : C 58,01 H 3,73 N 12,53.

10.

Si en el Ejemplo precedente se substituye el metanol por etilenglicol y se calienta durante 6 horas a 100°C, se obtiene, con rendimiento del 85%, el producto de la fórmula

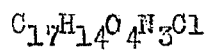
15.

(221)





que funde de 224 a 226°C.



Calculado: C 56,76 H 3,92 N 11,68

Hallado : C 56,96 H 3,89 N 11,56.



B

5.	I	II	III	IV
10.	222		111-112°	<p>60.42 4.51 11.74 60.29 4.49 11.52</p> <p>$C_{18}H_{16}O_3N_3Cl$</p>
15.	223		184-185°	<p>59.40 4.11 12.22 59.23 3.85 12.21</p> <p>$C_{17}H_{14}O_3N_3Cl$</p>
20.	224		142-143°	<p>62.26 5.22 10.89 62.32 5.09 10.80</p> <p>$C_{20}H_{20}O_3N_3Cl$</p>
25.				

227		160-161°	57.84 4.31 11.51 58.38 3.77 11.24 $C_{18}H_{16}O_4N_3Cl$
226		87-88°	57.77 4.36 10.11 57.15 4.37 10.07 $C_{20}H_{18}O_5N_3Cl$
225		97-98°	70.14 8.31 7.22 70.40 8.60 7.12 $C_{34}H_{48}O_8N_3Cl$
I	II	III	IV

310679



310679



I	II	III	IV
5. 228		80-81°	<p>65.85 6.63 9.22 65.96 6.45 9.13</p> <p>$C_{25}H_{30}O_3N_3Cl$</p>
10. 15. 229		204-205°	<p>61.38 4.88 11.30 61.48 4.94 11.35</p> <p>$C_{19}H_{18}O_3N_3Cl$</p>
20. 25. 230		77-78°	<p>73.06 9.03 7.10 72.90 8.76 6.71</p> <p>$C_{39}H_{50}O_3N_3Cl$</p>



I	II	III	IV
5. 231		290-291°	59.40 4.11 12.22 59.45 4.07 12.12 $C_{17}H_{14}O_3N_3Cl$
10. 15. 232		145-146	61.38 4.88 11.30 61.45 4.94 11.22 $C_{19}H_{18}O_3N_3Cl$
20. 25. 233		90-91°	65.68 6.69 8.21 65.77 6.52 8.01 $C_{28}H_{34}O_4N_3Cl$

310679



I	II	III	IV
5.	<div style="text-align: center;"> </div>	<p style="text-align: center;">111-112°</p>	<p style="text-align: center;">65.22 6.39 9.51 65.37 6.11 9.50</p> <p style="text-align: center;">$C_{24}H_{28}O_3N_3Cl$</p>
10.	<div style="text-align: center;"> </div>	<p style="text-align: center;">138-139°</p>	<p style="text-align: center;">61.76 4.36 11.36 61.81 4.47 11.50</p> <p style="text-align: center;">$C_{19}H_{16}O_3N_3Cl$</p>
15.	<div style="text-align: center;"> </div>	<p style="text-align: center;">162-164°</p>	<p style="text-align: center;">58.15 3.80 11.30 57.88 3.56 11.50</p> <p style="text-align: center;">$C_{18}H_{14}O_4N_3Cl$</p>
25.			

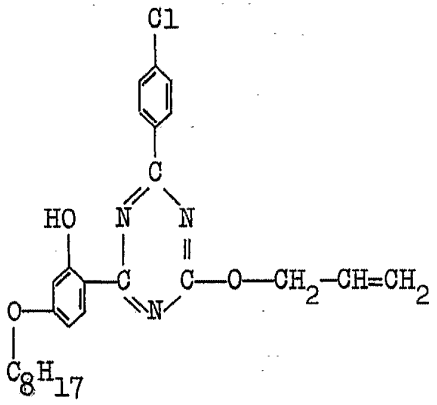
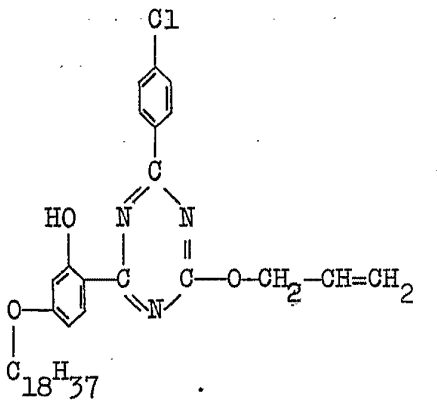
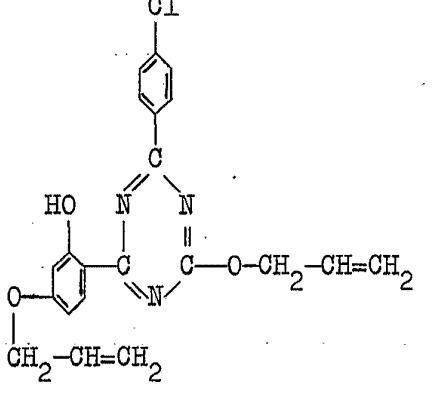
310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>237</p>		<p>190-192°</p>	<p>60.77 3.97 11.81</p> <p>60.94 3.96 11.78</p> <p>$C_{18}H_{14}O_3N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>238</p>		<p>103-105°</p>	<p>62.58 4.73 10.95</p> <p>62.46 4.60 11.16</p> <p>$C_{20}H_{18}O_3N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>239</p>		<p>110-113°</p>	<p>67.34 4.52 9.42</p> <p>67.18 4.80 9.46</p> <p>$C_{25}H_{20}O_3N_3Cl$</p>

310679

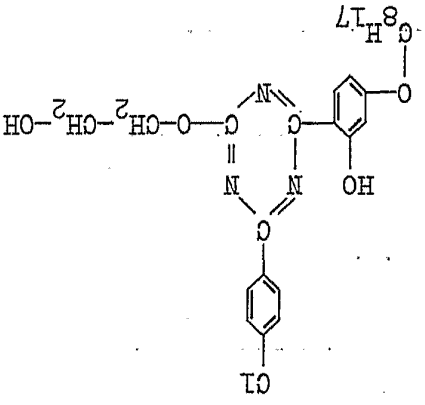
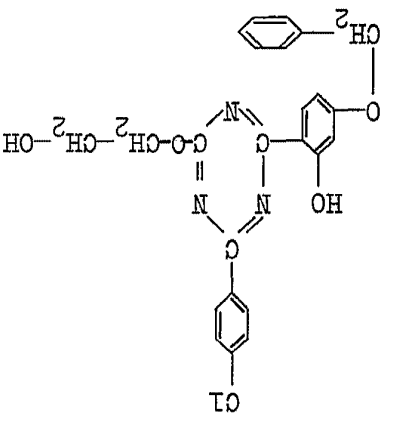
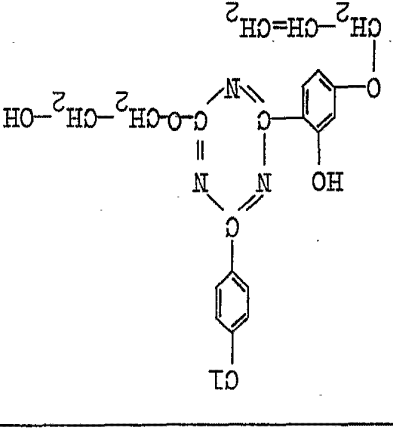


I	II	III	IV
5. 240		67-68°	<p>66.73 6.46 8.98 66.60 6.37 9.04</p> <p>$C_{26}H_{30}O_3N_3Cl$</p>
10. 241		94-96°	<p>71.09 8.29 16.91 70.99 8.06 16.86</p> <p>$C_{36}H_{50}O_3N_3Cl$</p>
15. 242		110-112°	<p>63.72 4.58 10.62 63.84 4.44 10.81</p> <p>$C_{21}H_{18}O_3N_3Cl$</p>

310679



I	II	III	IV
5.	<p>243</p>	<p>109-110°</p>	<p>59.80 4.56 9.51 59.82 4.64 9.44</p> <p>$C_{22}H_{20}O_5N_3Cl$</p>
10.	<p>244</p>	<p>118-120°</p>	<p>60.38 4.05 10.56 60.24 4.13 10.57</p> <p>$C_{20}H_{16}O_4N_3Cl$</p>
15.	<p>245</p>	<p>224-225°</p>	<p>56.76 3.92 11.68 56.92 3.89 11.56</p> <p>$C_{17}H_{14}O_4N_3Cl$</p>
25.			

<p>25.</p> <p>20.</p> <p>248</p>	 <p>102-104°</p> <p>$C_{25}H_{30}O_4N_3Cl$</p> <p>63.62 6.42 8.90 63.46 6.39 8.81</p>		
<p>15.</p> <p>10.</p> <p>247</p>	 <p>167-168°</p> <p>$C_{24}H_{20}O_4N_3Cl$</p> <p>64.07 4.48 9.34 63.93 4.33 9.30</p>		
<p>5.</p> <p>246</p>	 <p>142-144°</p> <p>$C_{20}H_{18}O_4N_3Cl$</p> <p>60.08 4.54 10.51 60.33 4.59 10.54</p>		
<p>IV</p>	<p>III</p>	<p>II</p>	<p>I</p>

310379



310679



5.

I	II	III	IV
249	<p style="text-align: center;">$C_{18}H_{37}$</p>	89-91°	<p>68.66 8.23 6.86 68.64 8.32 6.92</p> <p>$C_{35}H_{50}O_4N_3Cl$</p>
250	<p style="text-align: center;">C_2H_5</p>	191-193°	<p>58.84 4.68 10.84 58.80 4.69 10.95</p> <p>$C_{19}H_{18}O_4N_3Cl$</p>
251	<p style="text-align: center;">H</p>	214-216°	<p>65.11 3.97 10.35 65.02 3.84 10.29</p> <p>$C_{22}H_{16}O_3N_3Cl$</p>

10.

15.

20.



32

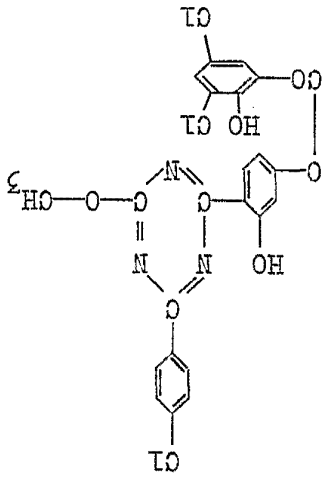
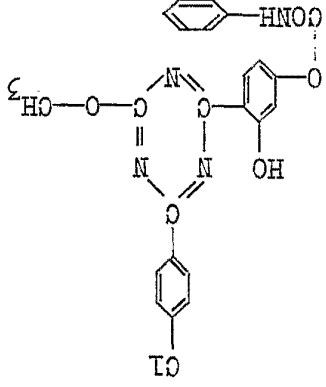
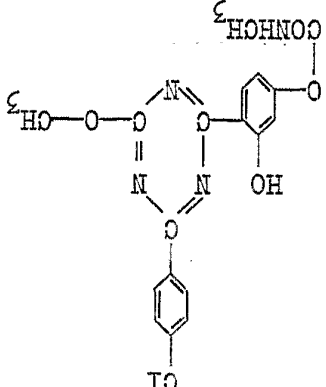
I	II	III	IV
5. 252		100-102°	<p>69.55 6.23 8.11 69.85 6.31 8.10</p> <p>$C_{30}H_{32}O_3N_3Cl$</p>
10. 253		152-156°	<p>56.31 4.95 9.38 56.49 5.11 9.55</p> <p>$C_{21}H_{22}O_4N_3ClS$</p>
15. 20. 254		145-150°	<p>54.35 4.32 10.01 54.44 4.32 9.74</p> <p>$C_{19}H_{18}O_4N_3ClS$</p>



I	II	III	IV
5. 255		110-112°	58.40 5.13 9.73 58.20 5.12 9.61 $C_{21}H_{22}O_5N_3Cl$
10. 15. 256		67-68°	60.06 5.70 9.14 59.98 5.54 9.03 $C_{23}H_{26}O_5N_3Cl$
20. 25. 257		217-218°	68.38 6.46 7.48 68.36 6.38 7.15 $C_{32}H_{36}O_4N_3Cl$



I	II	III	IV
5. 258		153-154°	60.53 4.32 14.12 60.77 4.24 13.80 $C_{20}H_{17}O_3N_3Cl$
10. 15. 259		129-131°	57.77 4.36 10.11 57.92 4.29 10.24 $C_{20}H_{18}O_5N_3Cl$
20. 25. 260		227-230°	55.89 3.91 14.49 55.90 3.96 14.62 $C_{18}H_{15}O_4N_4Cl$

25.	20.	15.	10.	5.	I		
			263 262 261	287-288° + 185° + 185°	53.25 2.72 8.10 53.05 2.76 8.27 61.54 3.82 12.48 61.90 3.89 12.42 55.89 3.91 14.49 55.65 3.91 14.29	C ₂₃ H ₁₄ O ₅ N ₃ Cl ₃ C ₂₃ H ₁₇ O ₄ N ₄ Cl C ₁₈ H ₁₅ O ₄ N ₄ Cl	IV III II

310679





I	II	III	IV
5. 264		145-146.5°	64.73 4.78 9.06 64.70 4.92 8.99 $C_{25}H_{22}O_4N_4Cl$
10. 265		204-206°	61.71 4.36 11.36 61.93 4.07 11.43 $C_{19}H_{16}O_3N_4Cl$
15. 20. 266		118-121°	63.40 5.07 10.56 63.46 4.82 10.86 $C_{21}H_{20}O_3N_4Cl$

310679



I	II	III	IV
5.	<p>267</p> <p><chem>CCOC1=NC(Cl)=NC(O)=C1OC18H37</chem></p>	<p>91,5-92,5°</p>	<p>70.50 8.45 7.05 70.07 8.25 7.22</p> <p>$C_{35}H_{50}O_3N_2Cl$</p>
10.	<p>268</p> <p><chem>COC1=NC(C2=CC=CC=C2)=NC(O)=C1O</chem></p>	<p>196-197°</p>	<p>65.08 4.44 14.23 65.19 4.47 14.21</p> <p>$C_{16}H_{13}O_3N_2$</p>
15.	<p>269</p> <p><chem>COC1=NC(C(C)(C)C)=NC(O)=C1O</chem></p>	<p>140-141°</p>	<p>69.02 6.34 11.50 69.35 6.35 11.33</p> <p>$C_{21}H_{23}O_3N_2$</p>

310679



5.

I	II	III	IV
270	<p>Chemical structure showing a pyrazole ring substituted with a tert-butyl group (C(CH₃)₃), a hydroxyl group (HO), and a methoxy group (O-CH₃).</p>	218-220°	68.36 6.02 11.96 68.39 6.14 11.69 C ₂₀ H ₂₁ O ₃ N ₃

10.



EJEMPLOS 8 a 14 y Tabla C

Los compuestos reseñados en la siguiente Tabla C, de acuerdo con la fórmula (25), se preparan en forma análoga a los procedimientos según los Ejemplos siguientes 8 a 14.

5. Para la receta de esterificación y formación de uretano en el grupo p-hidroxílico véanse los Ejemplos 3, 4 y 5 y Tabla A.

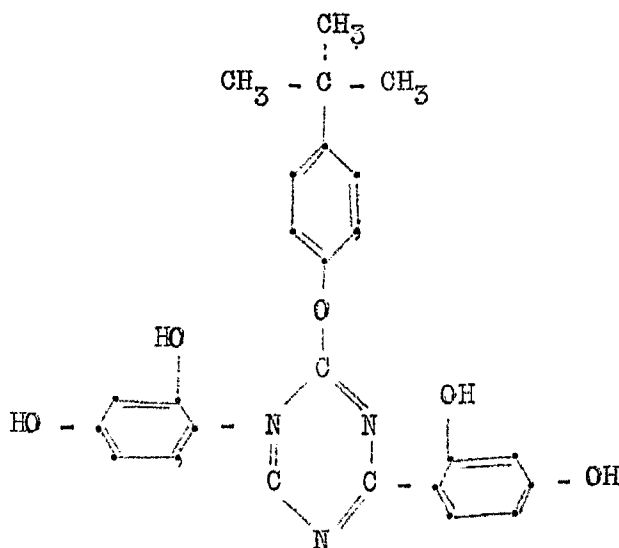
EJEMPLO 8

- 93 partes de 2-(4'-tercibutilfenoxi)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina y 75 partes de 1,3-dihidroxibenceno se disuelven en 10. 500 partes de nitrobeneno. Se introducen luego, a 5°C, 108 partes de cloruro de aluminio exento de agua, en porciones. A continuación se agita a temperatura ambiente, a cuyo fin se eleva la temperatura a 30°C en reacción exotérmica. Luego se disuelve, durante 40 horas, a 20-25°C, y después, la mezcla reaccional se esparce sobre 1000 partes de hielo y 3000 partes 20. de agua. La fase agua que queda encima se decanta y la fase orgánica existente se somete a la destilación de vapor de agua. Se obtienen de esta manera 133 partes del compuesto de la fórmula



(271)

5.



10. con un punto de fusión de 282 a 285°C, que se eleva mediante dos recristalizaciones de 286 a 287°C

$C_{25}H_{23}O_5N_3$:

Calculado: C 67,40 H 5,20 N 9,02

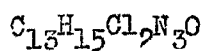
Hallado : C 67,47 H 5,47 N 9,43.

15. La 2-(4'-tercibutilfenoxi)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina utilizada como material de partida puede prepararse como sigue: se disuelven 45 partes de p-tercibutilfenol y 55 partes de cloruro de cianógeno en 1000 partes de acetona; se adicionan seguidamente, a gotas, entre -5° y 0°C, 300 partes de lejía de sosa
20. l-n, de manera que el valor de pH se mantenga por debajo de 6,5, y a continuación se vierte sobre 2500 partes de agua. El aceite precipitado se separa, se seca sobre sulfato sódico y se desti-

310679



la en alto vacio. A 0,7 mm se convierten, entre 171 y 180°C, 56 partes del producto anterior, cuyo análisis muestra los datos siguientes:



5. Calculado: C 52,37 H 4,39 N 14,09
 Hallado : C 52,31 H 4,09 N 13,98.

EJEMPLO 9

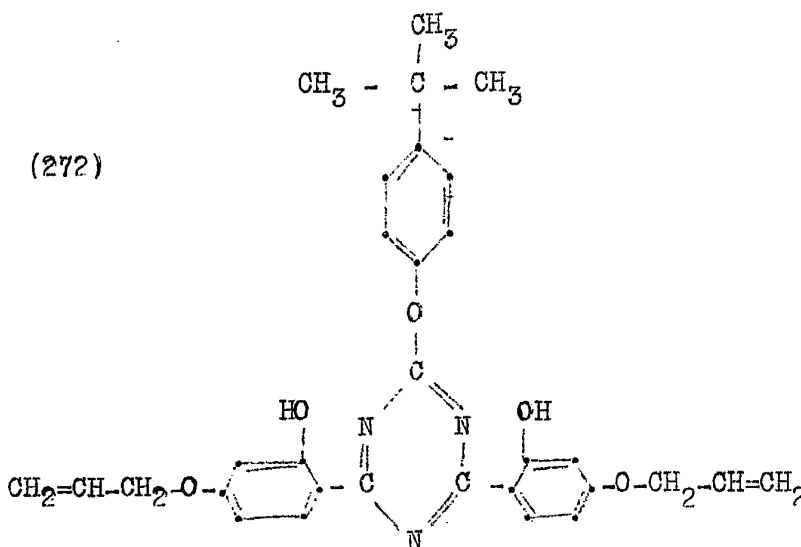
10. 8,9 partes del compuesto de la fórmula (271) y 2,5 partes de hidróxido potásico al 90% exento de agua, se disuelven, a 40°C, en 100 partes de metilcellosolve y se tratan con 5,3 partes de bromuro alílico. La temperatura se mantiene, durante una hora, a 40°C; durante otra hora a 50°C y durante 5 horas más a 60°C, y luego la mezcla reaccional se esparce sobre
15. 400 partes de agua. Después de cromatografía en óxido de aluminio (Actividad I) se obtienen, de la fracción bencénica, 6 partes del compuesto de la fórmula

31079



(272)

5.



10.

que funde a 130-134°C y muestra los siguientes datos de análisis:

$C_{31}H_{31}N_3O_5$:

Calculado: C 70,84 H 5,95 N 8,00

Hallado : C 70,90 H 6,07 N 7,89

15. EJEMPLO 10

Se substituye en el Ejemplo 9 el bromuro alílico por 7,5 partes de bromuro bencílico y se remueve durante 5 horas, entre 40 a 45°C, obteniéndose así, después de refrigeración en hielo, de la mezcla reaccional tratada con un poco de agua,

20. 9 partes del producto de la fórmula

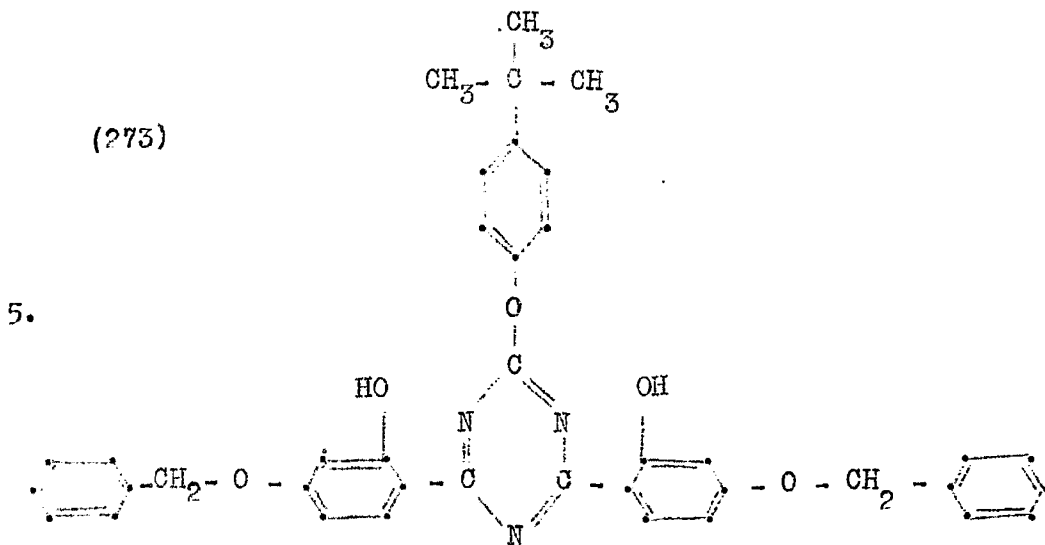
310679



MAR. 1965

- 140 -

(273)



10.

que, después de dos recristalizaciones en benceno-alcohol, funde entre 213 a 214°C.

$C_{39}H_{35}N_3O_5$:

15.

Calculado: C 74,86 H 5,64 N 6,72

Hallado : C 74,79 H 5,65 N 6,75

E J E M P L O 11

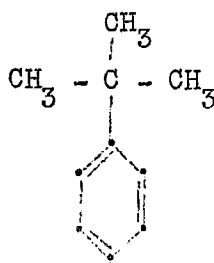
20. 8,9 partes del compuesto de la fórmula (271) y 2,5 partes de hidróxido potásico al 90% se suspenden en 80 partes de acetona, a 30-35°C; se adiciona una solución de 3 partes de carbonato potásico, exento de agua, en 5 partes de agua y a continuación



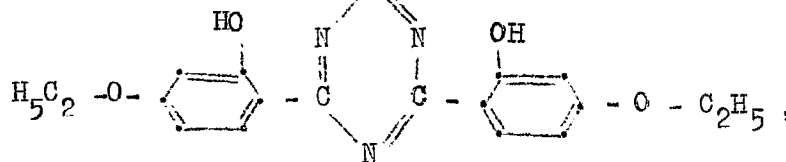
se añaden, a gotas, durante aproximadamente una una, 6,5 partes de sulfato dietílico en 15 partes de acetona. Luego se agita, durante 2 horas, entre 30 a 35°C, y durante 2 horas más a reflujo; se enfria y el precipitado se lava sobre el noche con etilo-alcohol. Se obtienen así unas 8 partes del producto de la fórmula

(274)

10.



15.



que, después de recristalización en benceno-metanol y dioxano-agua, funde entre 211 a 212°C.

$C_{29}H_{31}N_3O_5$; 1/2 dioxano

20.

Calculado: C 68,22 H 6,45 N 7,72

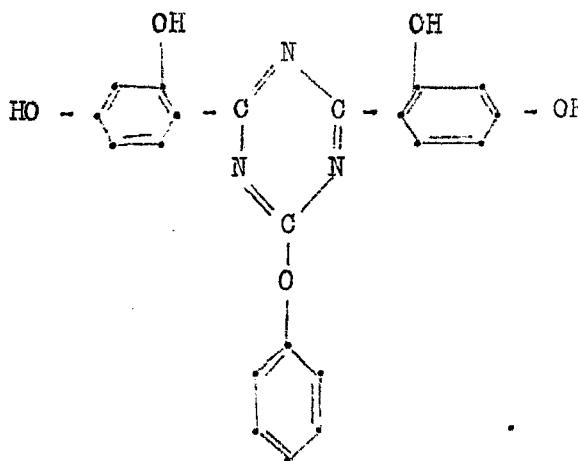
Hallado : C 68,23 H 6,36 N 7,76 .



E J E M P L O 13

Si se substituye en el Ejemplo 8 la 2-(4'-tercibutilfe-
noxi)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina por la 2-fenoxi-4,6-dicloro-
-1,3,5-triazina (punto de fusión, en ciclohexano, entre 118 a
5. 119°C) se obtiene, con rendimiento similar, el producto de la
fórmula

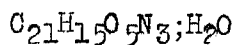
(276)



10.

15. El producto de análisis, recristalizado por tres veces en
alcohol/agua, funde entre 287 a 288°C, bajo descomposición.

El producto contiene agua de cristalización y muestra los datos
siguientes:



Calculado: C 61,91, H 4,21 N 10,32

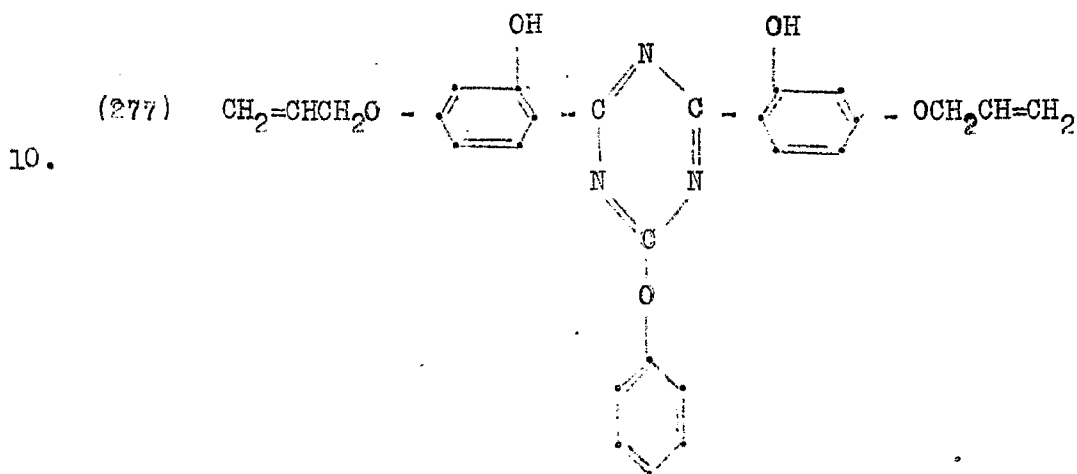
Hallado: C 61,81 H 4,16 N 10,34 .

20.

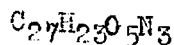


EJEMPLO 14

11 partes del compuesto de la fórmula (276) y 2,4 partes de sosa caustica se disuelven en 50 partes de metilcellosolve. Se añaden a gotas, a 20°C, 7,5 partes de bromuro alílico, se eleva la temperatura a 45-50°C y se deja a esta temperatura durante 5 horas. El producto reaccional, separado por cristalización, de la fórmula



15. Se macha y se lava con metanol. Rendimiento, 9,4 partes. El producto de análisis recristalizado por dos veces en benceno/metanol, funde entre 197 a 198°C.



20. Calculado: C 69,07 H 4,94 N 8,95
Hallado: C 69,18 H 4,88 N 8,88.



I	II	III	IV
5. 278		232-233°	67.96 5.48 9.15 68.15 5.46 9.36 $C_{26}H_{25}O_5N_3$
10. 279		259-260°	66.80 4.90 9.80 66.40 4.90 9.80 $C_{24}H_{21}O_5N_3$
15. 280		190-191°	69.88 6.45 8.15 70.02 6.56 8.14 $C_{30}H_{33}O_5N_3$
25.			



I	II	III	IV
5. 281		281-283°	<p>61.70 4.20 9.80</p> <p>61.70 4.30 9.60</p> <p>$C_{22}H_{17}O_6N_3; 1/2 H_2O$</p>
10. 282		179-180°	<p>67.78 6.26 7.91</p> <p>67.67 6.30 7.82</p> <p>$C_{30}H_{33}O_6N_3$</p>
20. 283		223-224°	<p>64.50 5.41 8.67</p> <p>64.57 5.22 8.79</p> <p>$C_{26}H_{25}O_6N_3; 1/2 H_2O$</p>

310879



I.	II	III	IV
5. 284		136-138°	<p>70.89 7.67 6.53</p> <p>70.61 7.70 6.89</p> <p>$C_{38}H_{49}O_6N_3$</p>
10. 285		287-290° + .	<p>60.40 5.10 11.30</p> <p>60.10 5.20 11.70</p> <p>$C_{25}H_{24}O_5N_4$; HCl</p>
20. 286		305-306°	<p>66.15 6.12 7.98</p> <p>66.05 6.17 8.23</p> <p>$C_{29}H_{31}O_6N_3$; $1/2H_2O$</p>
25.			

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>287</p>		<p>184-190°</p>	<p>74.01 6.21 6.02</p> <p>74.43 6.28 6.10</p> <p>C₄₃H₄₃O₆N₃</p>
<p>10.</p> <p>288</p> <p>15.</p>		<p>326-327°</p>	<p>59.40 4.60 8.00</p> <p>59.40 4.50 8.00</p> <p>C₂₂H₁₆O₅N₃Cl; C₄H₈O₂</p>
<p>20.</p> <p>289</p>		<p>254-255°</p>	<p>63.22 4.90 8.51</p> <p>63.13 5.05 8.40</p> <p>C₂₆H₂₄O₅N₃Cl</p>

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>290</p>		<p>178-182°</p>	<p>65.51 5.86 7.64</p> <p>65.24 6.05 7.97</p> <p>$C_{30}H_{32}O_5N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>291</p> <p>15.</p>		<p>186-187°</p>	<p>67.78 6.26 7.91</p> <p>67.98 6.50 7.92</p> <p>$C_{30}H_{33}O_6N_3$</p>
<p>20.</p> <p>292</p> <p>25.</p>		<p>161-162°</p>	<p>71.68 6.90 7.38</p> <p>71.46 7.05 7.45</p> <p>$C_{34}H_{39}O_5N_3$</p>

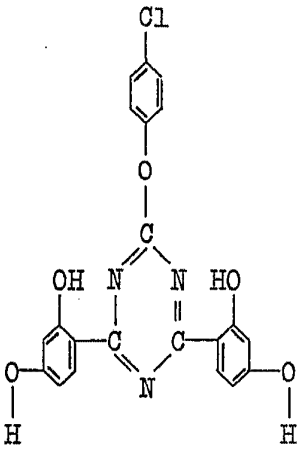
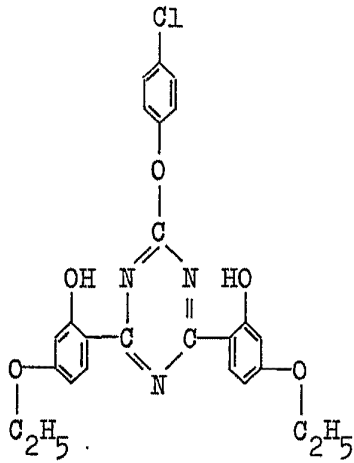
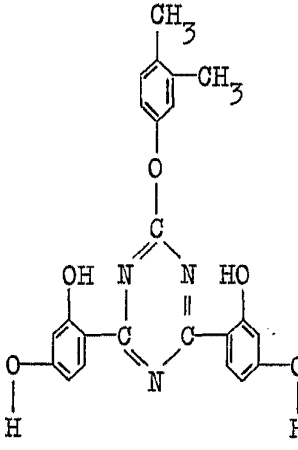
310679



I	II	III	IV
5. 293	<p style="text-align: center;">C_9H_{19}</p>	124-125°	<p>77.06 6.14 6.13 76.74 6.65 6.16</p> <p>$C_{44}H_{35}O_5N_3$</p>
10. 294	<p style="text-align: center;">CH_3</p>	298-299°	<p>65.50 4.25 10.42 65.34 4.32 10.10</p> <p>$C_{22}H_{17}O_5N_3$</p>
20. 295	<p style="text-align: center;">CH_3</p> <p style="text-align: center;">C_2H_5 C_2H_5</p>	228-229°	<p>67.96 5.48 9.15 68.05 5.68 9.24</p> <p>$C_{26}H_{25}N_3O_5$</p>

310679



I	II	III	IV
5. 296		288-289°	55.28 3.49 9.71 58.43 3.40 9.99 $C_{21}H_{14}O_5N_3Cl \cdot \frac{1}{2} H_2O$
10. 297		236-237°	62.57 4.62 8.76 62.74 4.58 8.98 $C_{25}H_{22}O_5N_3Cl$
20. 298		291-292°	66.18 4.59 10.07 65.66 4.59 9.85 $C_{23}H_{19}O_5N_3$

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>299</p>		<p>170-171°</p>	<p>68.48 5.75 8.87</p> <p>68.54 5.71 8.74</p> <p>$C_{27}H_{27}O_5N_3$</p>
<p>10.</p> <p>300</p> <p>15.</p>		<p>299-300°</p>	<p>69.67 4.11 9.03</p> <p>69.38 4.37 9.06</p> <p>$C_{27}H_{19}O_5N_3$</p>
<p>20.</p> <p>301</p> <p>25.</p>		<p>269-270°</p>	<p>71.39 5.22 8.06</p> <p>71.32 5.09 7.90</p> <p>$C_{31}H_{27}O_5N_3$</p>

310679



I	II	III	IV
5.	<p>302</p>	<p>222-223°</p>	<p>70.99 4.97 8.28 70.84 4.99 8.14</p> <p>$C_{30}H_{25}O_5N_3$</p>
10.	<p>303</p>	<p>192-193°</p>	<p>72.45 5.90 7.46 72.50 5.88 7.65</p> <p>$C_{34}H_{33}O_5N_3$</p>
25.	<p>304</p>	<p>269-270°</p>	<p>68.48 5.75 8.87 68.24 5.80 8.74</p> <p>$C_{27}H_{27}O_5N_3$</p>

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>305</p>		<p>186-187°</p>	<p>70.30 6.66 7.93</p> <p>70.19 6.51 8.01</p> <p>$C_{31}H_{35}O_5N_3$</p>
<p>10.</p> <p>306</p> <p>15.</p>		<p>278-279°</p>	<p>70.30 6.66 7.93</p> <p>69.93 6.61 7.96</p> <p>$C_{31}H_{35}O_5N_3$</p>
<p>20.</p> <p>307</p> <p>25.</p>		<p>168-169°</p>	<p>71.77 7.40 7.17</p> <p>71.54 7.39 7.24</p> <p>$C_{35}H_{43}O_5N_3$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>308</p>		<p>285-286°</p>	<p>68.78 5.34 8.91</p> <p>68.89 5.40 8.96</p> <p>$C_{27}H_{25}O_5N_3$</p>
<p>10.</p> <p>309</p> <p>15.</p>		<p>203-204°</p>	<p>70.57 6.30 7.97</p> <p>70.75 6.27 7.99</p> <p>$C_{31}H_{33}O_5N_3$</p>
<p>20.</p> <p>310</p> <p>25.</p>		<p>286-287°</p>	<p>68.33 3.90 9.56</p> <p>67.86 4.09 9.47</p> <p>$C_{25}H_{17}O_5N_3$</p>

310679



I	II	III	IV
5.	<p>311</p>	<p>215-216°</p>	<p>70.29 5.09 8.48 70.17 5.13 8.76</p> <p>$C_{29}H_{25}O_5N_3$</p>
10.	<p>312</p>	<p>280-281°</p>	<p>62.47 4.15 9.11 62.15 4.31 8.94</p> <p>$C_{24}H_{19}O_7N_3$</p>
20.	<p>313</p>	<p>210-211°</p>	<p>64.98 5.26 8.12 64.45 5.23 8.55</p> <p>$C_{28}H_{27}O_7N_3$</p>
25.			

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>314</p>		<p>274-275°</p>	<p>61.28 4.29 8.93</p> <p>61.59 4.20 8.78</p> <p>$C_{24}H_{19}O_7N_3 \cdot \frac{1}{2} H_2O$</p>
<p>10.</p> <p>315</p> <p>15.</p>		<p>151-152°</p>	<p>64.98 5.26 8.12</p> <p>64.37 5.22 --</p> <p>$C_{28}H_{27}O_7N_3$</p>
<p>20.</p> <p>316</p> <p>25.</p>		<p>275-276°</p>	<p>65.07 5.02 9.11</p> <p>65.21 5.18 9.28</p> <p>$C_{25}H_{21}O_7N_3 \cdot H_2O$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>317</p>		<p>188-189°</p>	<p>69.72 5.85 8.41</p> <p>69.45 5.79 8.48</p> <p>$C_{29}H_{29}O_5N_3$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>318</p>		<p>233-234°</p>	<p>69.44 6.23 8.38</p> <p>68.99 6.17 8.38</p> <p>$C_{29}H_{31}O_5N_3$</p>
<p>20.</p> <p>25.</p> <p>319</p>		<p>226-227°</p>	<p>71.07 7.05 7.54</p> <p>70.94 6.86 7.60</p> <p>$C_{33}H_{39}O_5N_3$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>320</p>		<p>295-296°</p>	<p>61.00 4.00 9.32</p> <p>61.00 4.12 9.50</p> <p>$C_{23}H_{18}O_5N_3Cl$</p>
<p>10.</p> <p>321</p> <p>15.</p>		<p>208-209°</p>	<p>63.84 5.16 8.27</p> <p>63.96 5.41 8.47</p> <p>$C_{27}H_{26}O_5N_3Cl$</p>
<p>20.</p> <p>322</p> <p>25.</p>		<p>292-293°</p>	<p>69.67 4.11 9.03</p> <p>69.65 4.25 9.09</p> <p>$C_{27}H_{19}O_5N_3$</p>

**POOR
QUALITY**

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>323</p>		<p>217-218°</p>	<p>71.39 5.22 8.06</p> <p>71.30 5.21 8.13</p> <p>$C_{31}H_{27}O_5N_3$</p>
<p>10.</p> <p>324</p> <p>15.</p>		<p>264-265°</p>	<p>63.00 4.09 10.02</p> <p>62.34 4.27 9.95</p> <p>$C_{22}H_{17}O_6N_3$</p>
<p>20.</p> <p>325</p> <p>25.</p>		<p>217-218°</p>	<p>68.38 6.46 7.48</p> <p>68.36 6.38 7.15</p> <p>$C_{32}H_{36}O_4N_3Cl$</p>

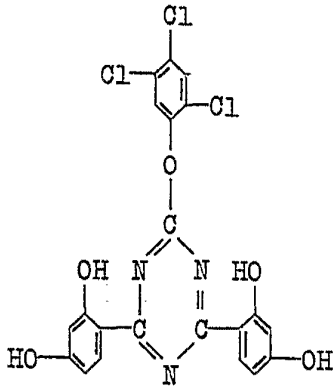
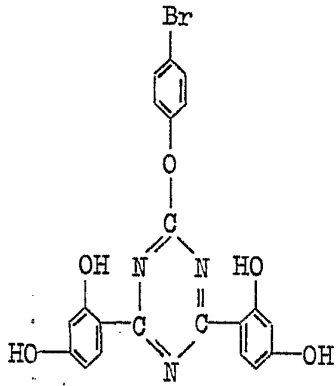
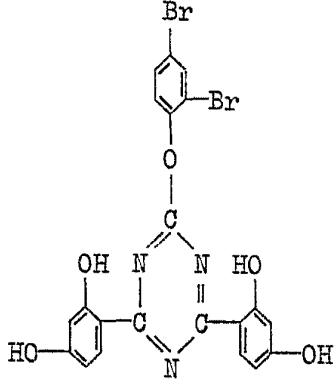
310679



I	II	III	IV
5. 326		269-270°	55.04 2.86 9.17 55.03 2.88 9.40 $C_{21}H_{13}O_5N_3Cl_2$
10. 327 15.		298-300°	55.46 3.31 8.62 55.46 3.44 8.55 $C_{21}H_{13}O_5N_3Cl_2$ $\cdot \frac{1}{2}CH_3COCH_3$
20. 328 25.		291-292°	51.19 2.46 8.53 51.37 2.34 8.59 $C_{21}H_{12}O_5N_3Cl_3$

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>329</p>		<p>291-292°</p>	<p>51.19 2.46 8.53</p> <p>51.36 2.61 8.76</p> <p>$C_{21}H_{12}O_5N_3Cl_3$</p>
<p>10.</p> <p>330</p>		<p>307-308°</p>	<p>53.86 3.01 8.97</p> <p>54.00 2.91 8.94</p> <p>$C_{21}H_{14}O_5N_3Br$</p>
<p>15.</p> <p>20.</p> <p>331</p>		<p>294-295°</p>	<p>46.10 2.39 7.68</p> <p>45.47 2.41 7.66</p> <p>$C_{21}H_{13}O_5N_3Br_2$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>332</p>		<p>293-294°</p>	<p>40.29 1.93 6.71</p> <p>39.76 1.77 6.62</p> <p>$C_{21}H_{12}O_5N_3Br_3$</p>
<p>10.</p> <p>333</p> <p>15.</p>		<p>282-284°</p>	<p>61.92 3.46 10.32</p> <p>61.66 3.66 10.32</p> <p>$C_{21}H_{14}O_5N_3F$</p>
<p>20.</p> <p>334</p>		<p>318-319°</p>	<p>58.07 3.25 12.90</p> <p>58.34 3.53 12.87</p> <p>$C_{21}H_{14}O_7N_4$</p>

310679



I	II	III	IV
5. 335		~ 265	<p>57.77 3.09 9.19 57.75 3.18 9.22</p> <p>$C_{22}H_{14}O_5N_3F_3$</p>
10. 336		225-226°	<p>67.40 5.20 9.43 67.29 5.44 9.45</p> <p>$C_{25}H_{23}O_5N_3$</p>
15. 20. 337		180-181°	<p>62.03 4.85 7.48 61.74 5.00 7.78</p> <p>$C_{29}H_{27}O_9N_3$</p>

310679



I	II	III	IV
5. 338	<p>Chemical structure showing a central pyrazole ring substituted with two benzyl ether groups and a phenyl ether group, with hydroxyl groups on the benzene rings.</p>	176-182°	73.80 4.78 7.38 73.53 4.67 7.15 $C_{35}H_{27}O_5N_3$

10.



EJEMPLOS 15 -17 y Tabla D

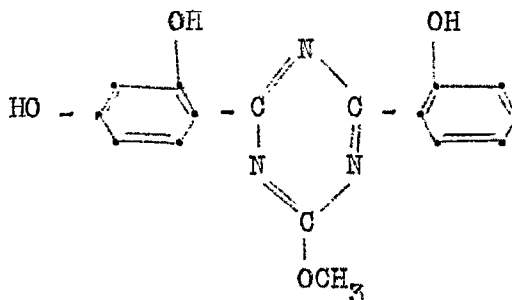
En los siguientes Ejemplos 15 a 17 y Tabla D se resumen tipos de compuestos de acuerdo con la fórmula (28), en donde los Ejemplos 15 a 17 se utilizan para la explicación del procedimiento de preparación de todos estos compuestos.

Para recetas de esterificación y formación de uretano en el grupo p-hidroxílico véanse los Ejemplos 3, 4 y 5 y Tabla A.

10. EJEMPLO 15

Si se substituye en el Ejemplo 8 la 2-(4'-tercibutil-fenoxi)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina por la 2-metoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triazina, se obtiene, a una temperatura reaccional de 50°C y una duración reaccional de 3 horas, con rendimiento del 96%, el producto de la fórmula

(339)



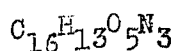
20.

310679

- 167 -



El producto de análisis recristalizado en dioxano/agua funde a 313°C, bajo descomposición.



Calculado: C 58,71 H 4,00 N 12,84

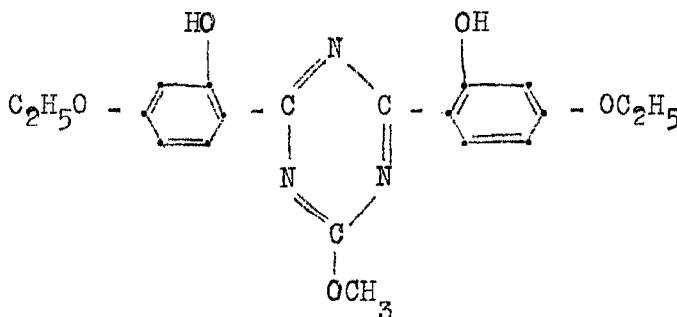
5. Hallado: C 58,85 H 4,27 N 12,73 .

E J E M P L O 16

16,4 partes del compuesto de la fórmula (339), 4 partes de sosa cáustica y 5,3 partes de sosa, se disuelven en 300 partes de acetona y 150 partes de agua. A ello se adiciona, a gotas, durante 30 minutos y a temperatura ambiente, 14,25 partes de sulfato dietílico en 50 partes de acetona. Durante otras 5 horas se agita a 50°C. El producto precipitado de la fórmula

(340)

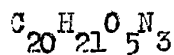
15.



se nucha y se seca. Después de dos recristalizaciones en 20. benceno/ciclohexano se obtienen 7,1 partes.



Punto de fusión: 190 a 191°C.

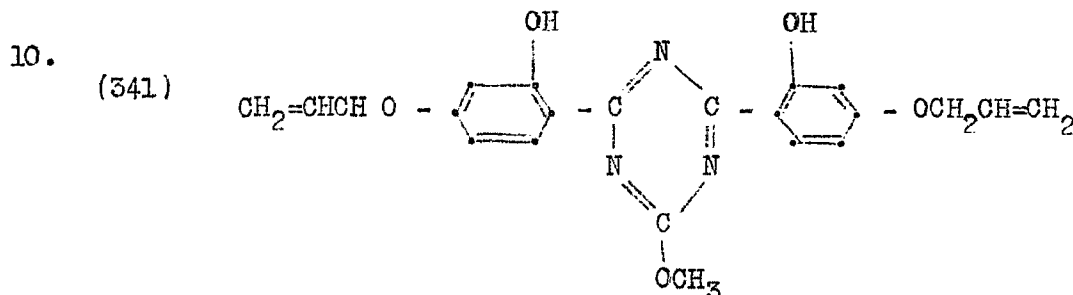


Calculado: C 62,65 H 5,52 N 10,96

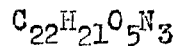
Hallado : C 62,72 H 5,60 N 10,69 .

5. E J E M P L O 17

Si se substituye en el Ejemplo 14 el compuesto de la fórmula (276) por el compuesto de la fórmula (339), se obtienen en índices equimolares 6,5 partes del compuesto de la fórmula



15. El producto de análisis, recristalizado en benceno/metanol, funde a 146-147°C, bajo descomposición



Calculado: C 64,85 H 5,20 N 10,31

Hallado : C 64,74 H 5,11 N 10,30 .

310679

D



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>342</p>		<p>313° +</p>	<p>58.71 4.00 12.84 58.85 4.27 12.73</p> <p>$C_{16}H_{13}O_5N_3$</p>
<p>10.</p> <p>343</p> <p>15.</p>		<p>190-191°</p>	<p>62.65 5.52 10.96 62.72 5.60 10.69</p> <p>$C_{20}H_{21}O_5N_3$</p>
<p>20.</p> <p>344</p>		<p>96-97,5°</p>	<p>69.66 8.22 7.62 69.70 8.40 7.54</p> <p>$C_{32}H_{45}O_5N_3$</p>

20.	347		184-186°	$C_{30}H_{25}O_5N_3$ 70.99 4.97 8.28 70.99 5.18 8.43
15.	346		132-132.5°	$C_{28}H_{23}O_5N_3$ 60.53 5.99 7.56 60.83 6.19 7.62
5.	345		146-147°	$C_{22}H_{21}O_5N_3$ 64.85 5.20 10.31 64.74 5.11 10.30
I	II	III	IV	

310679



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>348</p>		<p>197°</p>	<p>62.51 4.02 7.29</p> <p>62.59 4.19 7.00</p> <p>$C_{30}H_{23}O_5N_3Cl_2$</p>
<p>10.</p> <p>15.</p> <p>349</p>		<p>185-186.5°</p>	<p>58.39 4.17 10.22</p> <p>58.16 4.42 10.01</p> <p>$C_{20}H_{17}O_7N_3$</p>
<p>20.</p> <p>350</p>		<p>202-204°</p> <p>+</p>	<p>54.42 4.34 15.87</p> <p>54.74 4.61 15.65</p> <p>$C_{20}H_{19}O_7N_5$</p>

I	II	III	IV
5. 351		206° +	<p>59.42 5.95 13.33 59.46 6.10 13.29</p> <p>$C_{26}H_{31}O_7N_5$</p>
10. 15. 352		208,5-210°	<p>57.83 5.10 10.12 57.88 4.97 10.08</p> <p>$C_{20}H_{21}O_7N_3$</p>
20. 353		151-152,5°	<p>65.58 6.65 9.56 65.60 6.97 9.61</p> <p>$C_{24}H_{29}O_5N_3$</p>



I	II	III	IV
<p>5.</p> <p>354</p>		<p>97-100°</p>	<p>75.04 10.29 5.05 74.85 10.32 4.98</p> <p>$C_{52}H_{85}O_5N_3$</p>
<p>10.</p> <p>355</p> <p>15.</p>		<p>181-185,5°</p>	<p>70.63 9.55 7.63 70.79 9.53 7.91</p> <p>$C_{54}H_{87}O_7N_5$</p>
<p>20.</p> <p>356</p>		<p>137-138°</p>	<p>64.58 6.88 8.69 64.71 7.06 8.70</p> <p>$C_{26}H_{33}O_6N_3$</p>



1963

EJEMPLOS 18 a 29

- En los siguientes Ejemplos, que demuestran las posibilidades de aplicación, se utilizan representantes típicos. En principio, son adecuados en igual forma todos los compuestos citados en el texto descriptivo precedente, en donde es de considerar únicamente la solubilidad del compuesto que entra en consideración en el sustrato que se utiliza. Eventualmente es de considerar por último todavía la circunstancia de que los compuestos con 2 radicales resorcinílicos muestra un máximo de absorción a 355 milimicras aproximadamente, y aquellos con solamente 1 radical resorcinílico muestran un máximo de 340 milimicras.

EJEMPLO 18

- De una succión de acetilcelulosa acetónica al 10%, que contiene, calculado sobre acetilcelulosa, el 1% del compuesto de la fórmula (275), se prepara una película de 60 milimicras aproximadamente de espesor. Después del secado, se obtienen los valores porcentuales siguientes de permeabilidad a la luz:



Longitud de onda en milimicras	Permeabilidad a la luz en %	
	no expuesta	expuesta (100 horas de Fadometro)
5. de 280 a 370	0	0
380	22	22
390	65	67
400	83	85

10. Se obtienen resultados similares, por ejemplo, con los compuestos de las fórmulas (1), (41), (275), (276), (277), (340), u otros compuestos de acuerdo con la invención citados en la descripción, con tal que estos compuestos se disuelvan en la acetilcelulosa.

15. E J E M P L O 19

Se prepara una película de acetilcelulosa, de unas 50 micras de espesor, por vertido de una solución de acetilcelulosa acétonica al 10%, que contiene el 1% (calculado sobre la acetilcelulosa) del compuesto de acuerdo con la fórmula (214). Después del secado, se obtienen los valores porcentuales de permeabilidad a luz:

310379



	Longitud de onda en milimicras	Permeabilidad a la luz en %	
		no expuesto	expuesto (100 horas de Fadómetro)
5.	de 260 a 350	0	0
	360	3	3
	370	23	23
	380	54	54
	390	77	77
10.	400	86	86

Se comportan análogamente, por ejemplo, los compuestos de las fórmulas (41), (54), (66) y (68).

15. EJEMPLO 20

Una pasta de 100 partes de cloruro polivinílico, 59 partes en volumen de ftalato dioctílico y 0,2 partes del compuesto de la fórmula (271) se lamina para formar una lámina de unos 0,5 mm sobre la calandria, entre 145 a 150°C. La lámina de cloruro de polivinilo así obtenida absorbe completamente la zona ultravioleta de 280 milimicras a 370 milimicras.

En lugar del compuesto de la fórmula (271) también puede



utilizarse, por ejemplo, uno de los compuestos de las fórmulas (41), (128) o (274).

E J E M P L O 21

5. Una mezcla de 100 partes de polietileno y 0,2 partes del compuesto de la fórmula (49) se lamina para constituir una lámina sobre la calandria, entre 130 a 140°C, y se prensa a 150°C.

10. La lámina de polietileno así obtenida es prácticamente impenetrable para la luz ultravioleta en la zona de 280 a 370 milimicras.

En lugar del compuesto de la fórmula (49) también puede utilizarse, por ejemplo, uno de los compuestos de las fórmulas (55), (64), (99) o (128).

E J E M P L O 22

15. Una mezcla de 100 partes de polipropileno y 0,2 partes de uno de los compuestos de las fórmulas (122), (123), (128) o (274) se elabora para constituir una piel sobre la calandria, a 170°C. Esta piel se prensa para formar una placa de 1 mm, entre 230 a 240°C, y a una presión máxima de 40 kg/cm².

20. Las placas así obtenidas son impenetrables a la luz ultravioleta en la zona de 280 a 380 milimicras. Se conducen análogamente igualmente otros compuestos reseñados en las Tablas A a D.

310679



E J E M P L O 23

5. 0,2 partes del compuesto de la fórmula (291), se disuelven en 1,8 partes de monoestireno y se tratan con 0,5 partes de una solución de naftenato de cobalto-monoestireno (que contiene 1% de cobalto). Luego se añaden 40 partes de una resina de poliéster insaturada sobre base de ácido ftálico-ácido maléico-etilenglicol en monoestireno, y la totalidad se resuelve durante 10 minutos. Después de adicionar a gotas 1,7 partes de una solución de catalizador (peróxido de metiletilcetona en ftalato dimetilico) se vierte entre dos placas de vidrio la masa, exenta de aire, bien mezclada. Después de 20 minutos, se solidifica la placa de poliéster de 1 mm de espesor, de manera que puede extraerse del molde. Es impenetrable a los rayos ultravioleta en la zona de 280 a 380 milimicras y no muestra amarilleo después de 1000 horas de exposición en el Xenotest. Al eliminar el compuesto (291) ya se inicia un amarilleo después de 500 horas en el Xenotest.

15. En lugar del compuesto de la fórmula (291) puede utilizarse, por ejemplo, igualmente uno de los compuestos de las fórmulas (271) o (274).

E J E M P L O 24

20. 25 gramos de monoestireno destilado se prepolimerizan en un recipiente cerrado durante 2 días, en el armario-estufa a 90°C. En la masa viscosa se introducen luego, agi-

310679



- tando, 0,25 g de un compuesto de las fórmulas (49), (77), (95), (127) o (128), así como 0,025 g de peróxido de benzoilo. La mezcla se vierte luego en un molde de forma cuadrada, de lámina de aluminio, y se mantiene durante un día a 70°C. Después del solidificado total y enfriado de la masa se rompe el molde. El bloque así obtenido se prensa a continuación para formar una placa de 1 mm de espesor en una prensa hidráulica, a una temperatura de 138°C y una presión de 150 kg/cm².
- Las placas de poliestireno así preparadas son impermeables a la luz ultravioleta en la zona de 280 a 380 milimicras. Son perfectamente incoloras. Al exponerse en el Fadeómetro se puede observar una clara mejora de la estabilidad a la luz en las placas de poliestireno que contienen compuestos de las fórmulas arriba citadas, no mostrando ningún indicio de amarilleo en una exposición de 200 horas, mientras que las placas sin estas adiciones ya amarillean. Se comportan asimismo análogamente otros compuestos relacionados en las Tablas A a D.
20. E J E M P L O 25
- En 40 g de nitrolaca clara (25%) se disuelven 0,1 g de un compuesto de las fórmulas (49), (75), (95), (127) o (128). La laca se aplica simétricamente a continuación sobre placas de madera de arce con una cuchilla de recubrimiento y se seca perfectamente tras un corto período de tiempo. Mediante la

310679



- adición a la laca del absorbedor de ultravioletas antes citado, no se modifica el matiz de color de la madera. El matiz de color claro de la madera lacada no se modifica igualmente al exponerla bajo una lámpara de ultravioletas durante varios días, a condición de que la laca contenga los compuestos anteriores en una concentración de aproximadamente el 1%. La madera no tratada se oscurece bajo las condiciones de exposición citadas después de unos pocos días.
- 5.

- Se obtienen resultados similares utilizando lacas de resina acrílica o de resina alquídica y melamina, y otras, en los compuestos reseñados en las Tablas A a D.
- 10.

E J E M P L O 26

15. 8 g de una mezcla (65:35) de toluilen-2,4-diisocianato/toluilen-2,6-diisocianato y 20 g de un poliéster débilmente ramificado de ácido adipínico, dietilenglicol y triol (índice hidroxílico, (60)) se agitan conjuntamente durante unos 15 segundos. Luego se añaden 2 cc de una mezcla de catalizador, (que consta de 6 cc de una amina terciaria, 3 cc de un dispersante, 3 cc de un estabilizador y 2 cc de agua), así como
20. 0,28 g de un compuesto de las fórmulas (49), (77), (95), (128) o (199) y se agita brevemente. Se forma un vellón espumoso, que se somete, después de 30 minutos, en baño maría. Después de otros 30 minutos, se lava bien con agua y se seca
25. a temperatura ambiente.

310679



La adición de uno de los absorbedores de ultravioletas arriba citados eleva la estabilidad en la exposición al aparato Xenotest. Los anteriores absorbedores se incorporan bien igualmente en otros numerosos poliuretanos, que se basan en el procedimiento isocianato-poliadición.

5.

También se comportan similarmente otros compuestos reseñados en las Tablas A. a D.

E J E M P L O 27

10.

10.000 partes de una poliamida preparada a partir de caprolactamo de manera conocida, en forma de virutas, se mezclan con 30 partes de los compuestos de las fórmulas (128), (133), (298) o (352) en un recipiente cilíndrico, durante 12 horas. Las virutas así tratadas se funden en una caldera calentada a 300°C, tras supresión del oxígeno del aire mediante vapor de agua recalentado, y se agita durante 1/2 hora aproximadamente. La masa fundida se presiona luego bajo nitrógeno a 5 atmósferas mediante un cabezal de extrusión, y el filamento extruido de tal modo y enfriado se enrolla sobre una bobina de hilado, con lo que se efectúa simultáneamente un estiraje.

15.

Mediante la adición de los compuestos anteriores se detiene esencialmente la degradación de las macromoléculas ocasionada al exponer en el Fadeómetro y determinada por medición de la viscosidad relativa en ácido sulfúrico concen-

20.

25.

310879



trado.

Asimismo se comportan análogamente otros compuestos reseñados en las Tablas A a D.

5. EJEMPLO 28

En 10 g de aceite de oliva puro se disuelven 0,2 g del compuesto de la fórmula (284). La solución se efectúa rápidamente y sin calentamiento. Una capa de 50 micras de espesor de esta solución absorbe perfectamente la luz ultravioleta hasta 400 milimicras.

10.

Se pueden emplear igualmente otros aceites y cremas en forma grasa, o emulsiones, que son utilizables en productos cosméticos, para la solución de los compuestos anteriores u otros citados en la patente.

15.

EJEMPLO 29

12 g de poliacrilonitrilo se entremezclan, bajo agitación hasta solución total, en 88 g de dimetilformamida. Luego se añade 0,1 g del compuesto, por ejemplo, de la fórmula (128) que se disuelve rápidamente. La masa viscosa se aplica luego sobre una placa de vidrio limpia y se alisa con una barra de estirar película. Durante 20 minutos se seca en vacío, en el armario de secado a 120° C, y un vacío de 150 mm de Hg. Se obtiene una lámina de unos

25.

310679



0,05 mm de espesor, que se puede desprender fácilmente de la superficie del vidrio. La lámina así obtenida es perfectamente incolora y absorbe luz ultravioleta hasta una longitud de onda de 350 milimicras de manera prácticamente total, mientras que una lámina sin el compuesto anterior de la fórmula (128) deja pasar, por lo menos, el 80% de la luz ultravioleta. Usualmente los compuestos citados en el poliestireno también son adecuados para incorporarse en poliacrilonitrilo.

310679

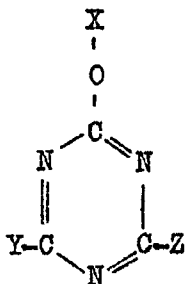


= 184 =

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas de patentes suizas nº 3458/64 del 18 de Marzo de 1964 y nº 2175/65 del 17 de febrero de 1965, existiendo en ambas unidad de invención.

1. Procedimiento para la preparación de hidroxifenil-1,3,5-triazinas, de la fórmula



10. en la que X significa un átomo de hidrógeno o un radical orgánico enlazado con un átomo de carbono en el átomo de oxígeno; Y significa un radical bencénico enlazado con un

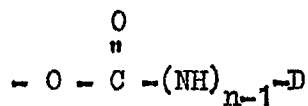
3 1 0 6 7 9



= 185 =

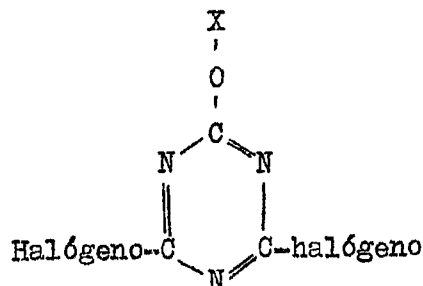
átomo del anillo directamente en el anillo triazínico, que lleva en posición orto al enlace en el anillo triazínico un grupo hidroxílico y muestra en posición para un grupo hidroxílico eventualmente esterificado o el grupo

5.



en el que n se halla para 1 o 2 y D se halla para un radical orgánico, y Z representa un átomo de halógeno, en especial cloro, o un radical bencénico,

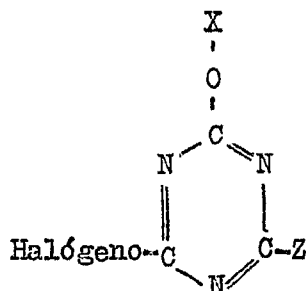
10. caracterizado por el hecho de que las dihalogen-1,3,5-triazinas de la fórmula



en la que X tiene la significación arriba indicada,



- se hacen reaccionar en medio exento de agua, en presencia de catalizadores Friedel-Crafts, en especial cloruro de aluminio y disolventes orgánicos inertes, en especial nitrobencono, con una o dos veces la dosis molar de un
5. compuesto de la serie bencénica, que contiene dos grupos hidroxílicos que se hallan entre sí en posición meta, o las monohalogen-1,3,5-triazinas de la fórmula



10. en la que X y Z tienen la significación arriba indicada,

- se hacen reaccionar con una vez la dosis molar de un compuesto de la serie bencénica, que muestra dos grupos hidroxílicos que se hallan en posición meta entre sí, y
15. los compuestos obtenidos de tal modo se eterifican eventualmente con haluros correspondientes, en especial bromuros, en un disolvente inerte en presencia de un

3 1 0 6 7 9

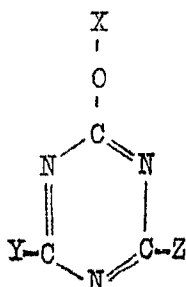


= 187 =

agente ligador de ácido, o se hacen reaccionar de nuevo en presencia de aminas terciarias y un disolvente orgánico inerte con un isocianato, haluro de ácido o anhídrido de ácido de tal suerte que se obtienen los compuestos de la fórmula indicada.

5.

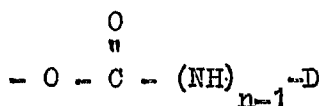
2. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula



10.

en la que X representa un átomo de hidrógeno o un radical orgánico enlazado con un átomo de carbono en el átomo de oxígeno; Y significa un radical bencénico enlazado con un átomo de carbono del anillo directamente en el anillo triazínico que lleva en posición orto al enlace en el anillo triazínico un grupo hidroxílico y muestra en posición para un grupo hidroxílico eventualmente ete-

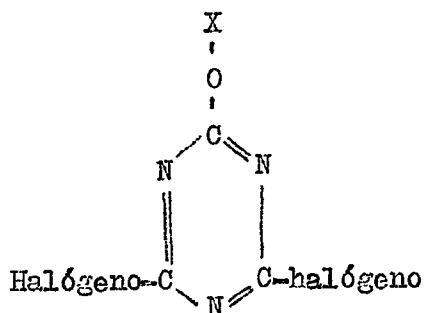
15.





en el que \underline{n} se halla para 1 o 2 y D se halla para un radical orgánico, y Z representa un átomo de halógeno o un radical bencénico,

5. caracterizado por el hecho de que en medio exento de agua, en presencia de catalizadores Friedel-Crafts y frente a disolventes orgánicos inertes de los acompañantes de reacción, se hace reaccionar las dihalogen-1,3,5-triazinas de la fórmula

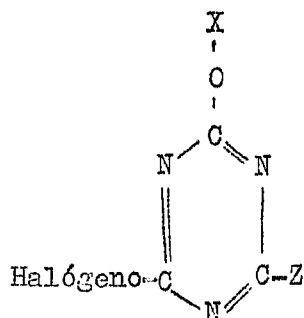


10. en la que X tiene la significación arriba indicada,

15. con una o dos veces la dosis molar de un compuesto de la serie bencénica, que contiene dos grupos hidroxílicos que se hallan entre sí en posición meta, o se hace reaccionar las monohalogen-1,3,5-triazinas de la fórmula

3 1 0 6 7 9

= 189 =



en la que X y Z tienen la significación
arriba indicada,

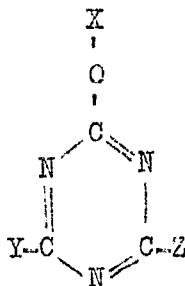
5. con una vez la dosis molar de un compuesto de la serie bencénica, que muestra dos grupos hidroxílicos que se hallan entre sí en posición meta, y eventualmente se esterifica, esterifica los grupos hidroxílicos en las radicales Y y Z, que se hallan en posición para al enlace con el anillo triazínico, o se transforma en grupos uretano, de manera que se obtienen los compuestos de la fórmula indicada.
- 10.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula

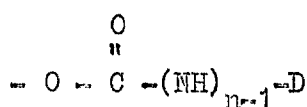
310679



= 190 =



- en la que X representa un átomo de hidrógeno o un radical orgánico enlazado con un átomo de carbono en el átomo de oxígeno; Y significa un radical bencénico enlazado con un átomo de carbono del anillo directamente en el anillo triazínico, que lleva en posición orto al enlace en el anillo triazínico un grupo hidroxílico y muestra en posición para un grupo hidroxílico eventualmente eterificado o el grupo
- 5.



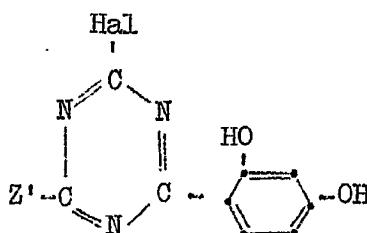
10. en el que n se halla para 1 o 2 y D se halla para un radical orgánico, y Z representa un átomo de halógeno o un radical bencénico,

310679



= 191 =

caracterizado por el hecho de que las 2-aril-4-halogen-
-6-resorcinil-triazinas de la fórmula

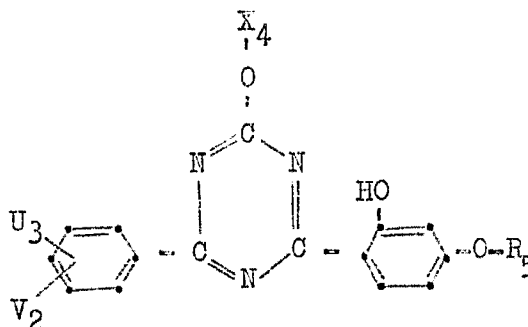


5. en la que Z' representa un radical bencénico
eventualmente substituído ulteriormente y
Hal significa un átomo de halógeno,

10. se hace reaccionar con alcoholes o fenoles en un disolven-
te orgánico exento de agua de alto punto de ebullición
inerte frente a los acompañantes de reacción; eventual-
mente en presencia de catalizadores Friedel-Crafts o
aceptores de ácido, y a continuación el radical resor-
cinílico en posición para eventualmente se eterifica,
esterifica o se transforma en un grupo uretano.



4. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula



5.

en la que significan:

U_3 y V_2 : un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alcoxi o un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;

10.

X_4 : un sistema de anillo que contiene de una a dos anillos de carbono de 6 miembros, que puede contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos, grupos fenilalquílicos, grupos alcoxi, grupos oxi, grupos carbalcoxi, átomos de halógeno, grupos nitro, grupos de benzoilo y grupos carbonamídicos;

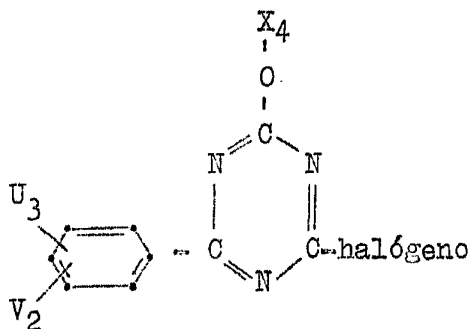
15.

R_5 : hidrógeno o un grupo alquílico que puede llevar



5. otros substituyentes como grupos hidroxílicos, de nitrilo, alcoxi, de éster de ácido carboxílico, de amida de ácido carboxílico, de benzoilo o átomos de halógeno; además, un grupo alkenílico, un grupo acílico alifático, un grupo de benzoilo, un grupo bencílico o un grupo carbonamídico, -en donde estos grupos pueden llevar otros substituyentes, en especial grupos OH, grupos alifáticos, grupos fenílicos y átomos de halógeno,
- 10.

15. caracterizado por el hecho de que en medio exento de agua, en presencia de 0,3 a 3 moles de catalizadores Friedel-Crafts, en disolventes orgánicos inertes, se hacen reaccionar las monohalogenotriazinas de la fórmula





196

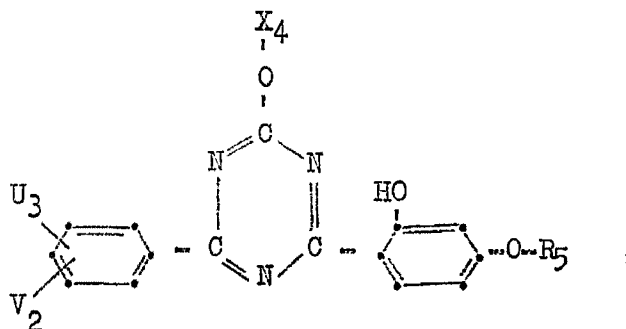
en la que X_4 , U_3 y V_2 tienen la significación arriba indicada,

con la dosis molar de un 1,3-dihidroxibenceno entre 0°C y 150°C, y los grupos hidroxílicos de los radicales

5. dihidroxibencénicos que se hallan en posición para al enlace en el anillo triazínico eventualmente se eterifican, esterifican o se transforman en un grupo uretano.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula

10.



en la que significan:

- U_3 y V_2 : un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alcoxi o un grupo alquílico que contiene de 1 a 4 átomos de carbono;
15. X_4 : un sistema de anillo que contiene de 1 a 2 anillos de carbono de 6 miembros, que puede

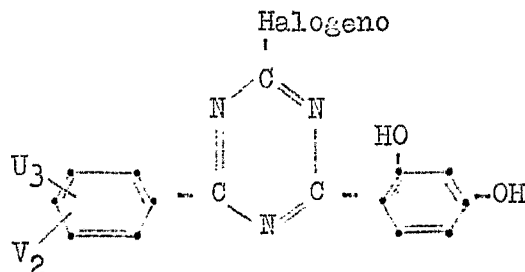
3 1 0 6 7 9

= 195 =



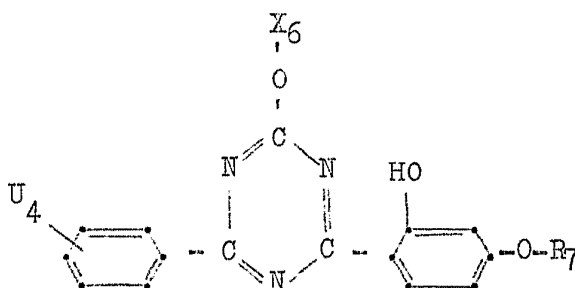
5. contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos, grupos fenilalquílicos, grupos alcoxi, grupos oxi, grupos carbaléoxi, átomos de halógeno, grupos nítro, grupos de benzoilo y grupos carbonamídicos;
10. R_5 : hidrógeno o un grupo alquílico que puede llevar otros substituyentes como grupos hidroxílicos, nitrílicos, alcoxi, de éster de ácido carboxílico, de amida de ácido carboxílico, de benzoilo o átomos de halógeno; además, un grupo alkenílico, un grupo acílico alifático, un grupo de benzoilo, un grupo bencílico o un grupo carbonamídico, en donde estos grupos pueden llevar otros substituyentes, en especial grupos OH, grupos alquílicos, grupos fenílicos y átomos de halógeno,
- 15.

caracterizado por el hecho de que una 2-aril-4-halogen-6-resorcínil-triazina de la fórmula



en la que U_3 y V_2 tienen la significación indicada anteriormente,

5. se hacen reaccionar en un disolvente orgánico, exento de agua, de alto punto de ebullición, inerte frente a los acompañantes de la reacción, eventualmente en presencia de catalizadores Friedel-Crafts o aceptores de ácido, con alcoholes o fenoles, y el radical resorcínico en posición para se eterifica, esterifica
10. o se transforma en un grupo uretano.
6. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula



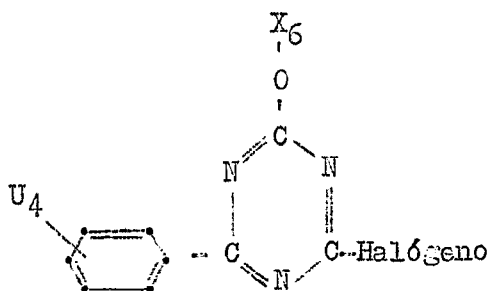
en la que significan:

- 5. U_4 : hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquílico que contiene hasta 8 átomos de carbono;
- 10. X_6 : hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alkenílico, un grupo hidroxialquílico, un grupo alquílico que contiene uno o varios puentes de oxígeno de éter, un grupo oxialquílico que contiene un puente de tioéter o un grupo bencílico;
- R_7 : hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquílico sustituido con hidroxilo, nitrilo o halógeno, un grupo alkenílico, un grupo aci-



lico alifático, un grupo carbalcoxiálkílico,
un grupo carbonamídico o alquilcarbonamídico,
un grupo bencílico o un grupo de benzilo;

5. caracterizado por el hecho de que, en medio exento de agua, en presencia de 0,3 a 3,0 moles de catalizadores Friedel-Crafts, en disolventes orgánicos inertes, se hace reaccionar las monohalogenotriazinas de la fórmula



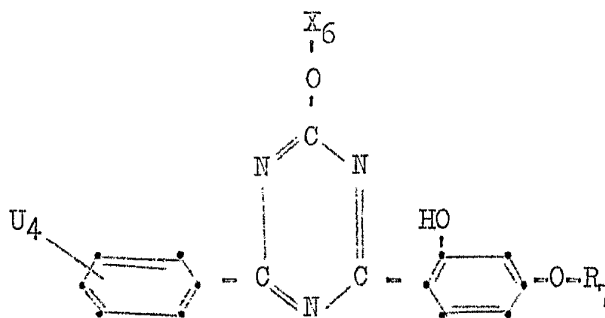
10. en la que X_6 y U_4 tienen la significación arriba indicada,

15. con la dosis molar de 1,3-dihidroxibenceno entre 0 y 150°C, y los grupos hidroxílicos del radical dihidrobenceno que se hallan en posición para al enlace triazínico eventualmente se eterifican, esterifican o se transforman en un grupo uretano, de modo que se obtienen los compuestos de la fórmula anterior.



1955

7. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula



5. en la que significan:

U_4 : hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquílico que contiene hasta 8 átomos de carbono;

10. X_6 : hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquénico, un grupo hidroalquílico, un grupo alquílico que contiene uno o varios puentes de oxígeno de éter, un grupo oxialquílico que contiene

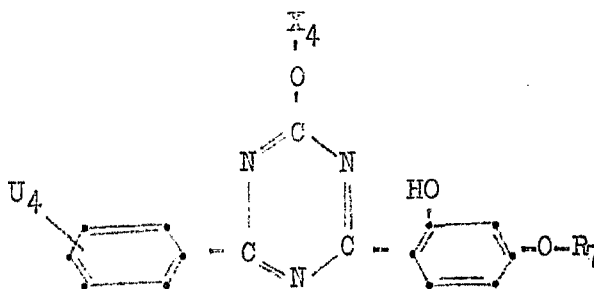
= 200 =

310679



5. R_7 : un puente de tioéter, o un grupo bencílico;
: hidrógeno, un grupo alquílico, un grupo alquí-
lico sustituido con hidroxilo, nitrilo, o
halógeno, un grupo alkenílico, un grupo ací-
lico alifático, un grupo carbalcoxialkilo,
un grupo carbonamídico o alkilcarbonamídico,
un grupo bencílico o un grupo de benzoilo,

caracterizado por el hecho de que los compuestos de la fórmula



10.

15. en la que U_4 y R_7 tienen la significación antes
indicada y X_4 significa un sistema de anillo que
contiene de 1 a 2 anillos de carbono de 6 miembros,
que puede contener uno o varios substituyentes de
los grupos: grupos alquílicos, grupos fenilalquílicos,



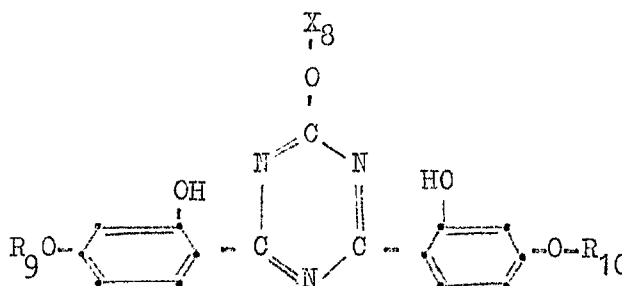
grupos alcoxi, grupos oxi, grupos carbalcoxi, átomos de halógeno, grupos nitro, grupos de benzoilo y grupos carbonamídicos,

se transforman, en presencia de catalizadores de transesterificación y un alcohol de la fórmula X_6-OH en compuestos de la fórmula arriba indicada.

5.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula

10.



en la que significan:

X_8 : un sistema de anillo que contiene de uno a dos anillos de carbono de seis miembros, que puede contener uno o varios substituyentes de los grupos: grupos alquílicos,

15.

310679



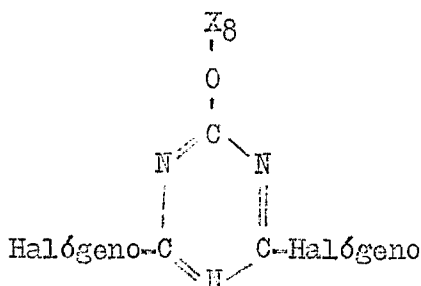
= 202 =

grupos alcoxi, grupos oxi, átomos de halógeno, grupos halogenalkílicos, grupos carbalecoxi, grupos nitro, grupos amino eventualmente substituídos y grupos carbonamídicos;

5. R_9 y R_{10} :hidrógeno, un grupo alkílico, un grupo alkenílico, un grupo aralkílico, o un grupo carbalecoxialkílico,

caracterizado por el hecho de que, en medio exento de agua, en presencia de 0,6 a 4,0 moles de catalizadores Friedel-Crafts, en disolventes orgánicos inertes, las dihalogentriazinas de la fórmula

10.



en la que X_8 tiene la significación arriba indicada,

15.



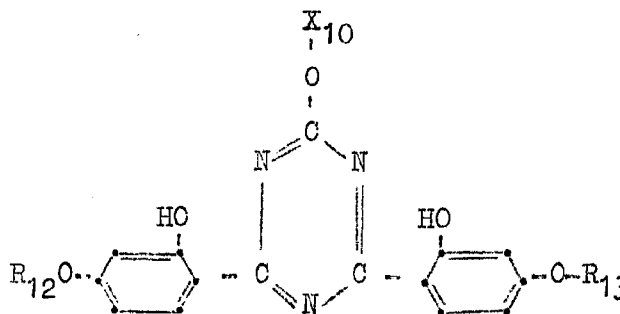
MAR. 1965

se hacen reaccionar, entre 0 y 150°C, con 2 moles de 1,3-dihidroxibenceno y los grupos hidroxílicos de los radicales dihidroxibencénicos que se hallan en posición para al enlace en el anillo triazínico eventualmente

5. se eterifican, esterifican o transforman en grupos uretano, de modo que se obtienen los compuestos de la fórmula anterior.

9. Procedimiento, según la reivindicación 1, para la preparación de las hidroxifenil-1,3,5-triazinas de la fórmula

10.



en la que significan:

X₁₀ : un grupo alquílico que contiene hasta 6 átomos de carbono, y eventualmente puentes O;

310679

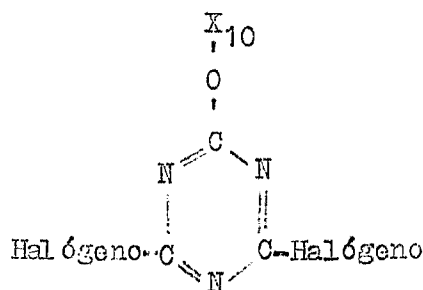


= 204 =

5. R_{12} y R_{13} : hidrógeno o un grupo alquílico, un grupo alkenílico, un grupo carboxialquílico, un grupo aralquílico, un grupo acílico alifático, un grupo oxialquílico, o un grupo carbonamídico eventualmente substituído,

caracterizado por el hecho de que, en medio exento de agua, en presencia de 0,6 a 4,0 moles de catalizadores Friedel-Crafts, en disolventes orgánicos inertes, las dihalogentriazinas de la fórmula

10.



en la que X_{10} tiene la significaci3n arriba indicada,

15. se hacen reaccionar, entre 0 y 150°C, con 2 moles de 1,3-dihidroxibenceno, y los grupos hidroxílicos de los radicales de dihidroxibenceno que se hallan en posici3n



para al enlace en el anillo triazínico eventualmente se eterifican, csterifican o se transforman en grupos uretano, de modo que se obtienen los compuestos de la fórmula anterior.

5. 10. Procedimiento para la preparación de hidroxifenil-1,3,5-triazinas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 205 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

10. Madrid, a 17 de Marzo de 1965

p.a.

JAIME ISERN
P. P. 