

332842

PATENTE DE INTRODUCCION

B.H.SB. 11.757/BB. 7707.

A 01 N 00/00

280



## Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para preparar dicloroanilidas"

-----

*Solicitante:* MONSANTO COMPANY,  
entidad norteamericana, residente en  
800 North Lundbergh Boulevard, St. Louis,  
Missouri 63166, EE. UU. de A.

-----

La presente invención se refiere a  
un procedimiento para la preparación de dicloroani-  
lidas.

Es cosa bien conocida que las dicloro-  
5. anilidas pueden ser preparadas fácilmente por acili-

280



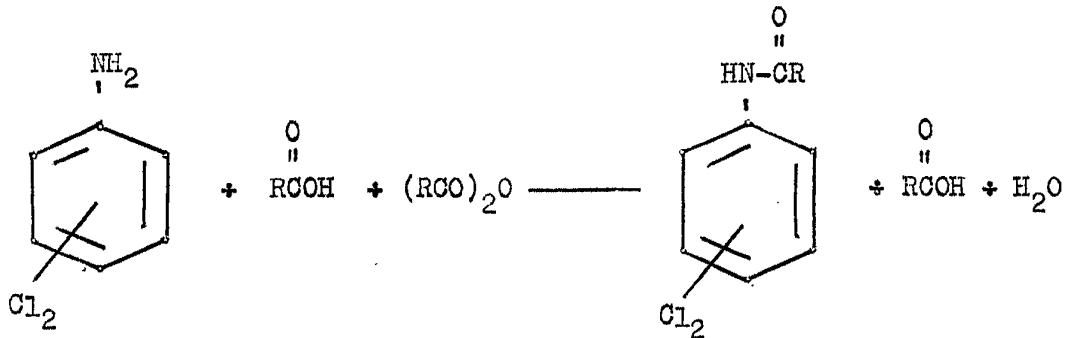
- zación de una anilina con un ácido carboxílico, un anhídrido de ácido, un cloruro de ácido, u otros derivados ácidos reactivos, Empero, se creía generalmente que esos procedimientos de la técnica anterior necesitaban un solvente y, en el caso de un cloruro de ácido, un eliminador de ácido, a fin de obtener un rendimiento adecuado del producto deseado.
5. La presente invención provee un procedimiento mejorado para preparar las diversas dicloroanilidas a partir de un ácido carboxílico  $C_3$  a  $C_5$  seleccionado y una dicloroanilina, sin necesidad de ningún solvente azeotropógeno, eliminador de ácido, catalizador u otros adyuvantes convencionales de la reacción.
10. Por lo general, una dicloroanilina y un exceso de un ácido carboxílico se hacen reaccionar hasta un grado de completamiento que se alcanza fácilmente, por ejemplo un 80 por ciento aproximadamente, en un período de tiempo substancialmente corto. El agua obtenida como subproducto se retira continuamente del reactor como mezcla azeotrópica que comprende el ácido y el agua. Es cosa bien conocida que para aproximarse a un rendimiento del 99 por ciento, la acilización normal con ácido carboxílico requiere un tiempo considerable. La presente mejora
15. utiliza la reactividad conocida de un anhídrido de ácido para completar substancialmente la reacción a una temperatura más baja en menos tiempo, e impedir a la vez la reversión de la reacción en razón de
20. la formación de un subproducto irreversible, fácil-
- 25.
- 30.

mente separable. El producto deseado se obtiene con alto rendimiento y gran pureza, como residuo en el reactor.

5. Los ácidos carboxílicos apropiados incluyen los ácidos propiónico, butírico, valérico, y sus isómeros. Las dicloroanilinas son la 2,3-dicloroanilina, la 2,4-dicloroanilina, 2,5-dicloroanilina y la 3,4-dicloroanilina.

10. Ha de quedar entendido que este mismo procedimiento es altamente satisfactorio para preparar otras haloanilidas, tales como las monohaloanilidas y las trihaloanilidas.

La siguiente ecuación esboza la reacción general



15. donde R es alquilo teniendo 2 a 4 átomos de carbono.

Los siguientes ejemplos específicos ilustran la presente invención.

Ejemplo 1 -

20. En un reactor apropiado, equipado con medios de agitación, una columna de reflujo/destilación, y medios calentadores, se introducen 75 kg. de 3,4-dicloroanilina y 68,5 kg de ácido propiónico.



- La tanda se calienta hasta reflujo, aproximadamente 150-155°C, y los vapores se envían a una columna mantenida a una temperatura de aproximadamente 100-110°C. Cuando la reacción se ha completado en un 80-90 por ciento, según determinado por cromatografía adecuada en fase vaporosa, y el contenido de humedad es inferior al 0,2 por ciento, según determinado mediante el análisis de Karl Fischer, el calentamiento se detiene y la masa de reacción se enfría hasta 130°C aproximadamente. Lentamente se agrega a la masa de reacción anhídrido propiónico suficiente para reducir el contenido final de 3,4-dicloroanilina libre a menos del 0,5 por ciento aproximadamente. Durante la adición del anhídrido, la temperatura preferida de la masa de reacción es de aproximadamente 130-135°C. El exceso de ácido propiónico se separa entonces en vacío de la masa de reacción, dejando aproximadamente 100 kg de 3,4-dicloropropionanilida, una conversión superior al 99 por ciento, basado sobre la dicloroanilina alimentada a la reacción.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

Ejemplo 2 -

- Siguiendo substancialmente el mismo procedimiento que el descrito en el ejemplo 1, utilizando 2,4-dicloroanilina en lugar de la 3,4-dicloroanilina, el producto resultante, la 2,4-dicloropropionanilida, se obtiene sustancialmente con el mismo rendimiento.
- 25.

Ejemplo 3 -

- Siguiendo substancialmente el mismo procedimiento que el descrito en el ejemplo 1, uti-
- 30.



lizando 3,4-dicloroanilina, ácido isobutírico y anhídrido isobutírico, el producto, la 3,4-dicloroisobutiranilida, se obtiene con buen rendimiento.

Ejemplo 4 -

5. Siguiendo substancialmente el mismo procedimiento que el descrito en el ejemplo 1, utilizando 2,5-dicloroanilina, ácido valérico y anhídrido valérico, se obtiene la 2,5-diclorovalerianilida con buen rendimiento.

10. Ejemplo 5 -

- Siguiendo substancialmente el mismo procedimiento que el descrito en el ejemplo 1, utilizando 2,3-dicloroanilina, ácido butírico y anhídrido butírico, se obtiene la 2,3-diclorobutiranilida con buen rendimiento.

15. Las anilidas preparadas de acuerdo con la presente invención son bien conocidas por su actividad herbicida y pueden ser formuladas fácilmente para aplicación uniforme, utilizando métodos convencionales, bien conocidos.

N O T A

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España:
25. "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DICLOROANILIDAS"; ca-
- 30.



racterizándose por lo siguiente:

- 1ª - Procedimiento para preparar dicloroanilidas, caracterizado porque se hace reaccionar una dicloroanilina con un exceso de un
5. ácido carboxílico que tiene 3 hasta 5 átomos de carbono, a una temperatura de 150°C a 155°C aproximadamente, para destilar una mezcla azeotrópica de dicho ácido y el agua obtenida como subproducto; mantener dicha temperatura durante un tiempo suficiente para convertir aproximadamente de un 80 hasta un 90 por ciento de la dicloroanilina; enfriar la masa de reacción hasta aproximadamente el punto de ebullición del anhídrido de dicho ácido; agregar lentamente dicho anhídrido hasta que el contenido de dicloroanilina libre es inferior al 0,5%;
10. y seguidamente calentar dicha masa de reacción bajo presión reducida, para eliminar el ácido carboxílico libre.

- 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido carboxílico se elige dentro del grupo formado por ácido propiónico, isobutírico, valérico ó ácido butírico.
- 20.

- 3ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la dicloroanilina se elige dentro del grupo formado por la 3,4-dicloroanilina, 2,5-dicloroanilina ó 2,4-dicloroanilina.
- 25.

- 4ª - Procedimiento para preparar dicloroanilidas, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.
- 30.



1960

-7-

Esta Memoria consta de siete hojas  
escritas a máquina por una sola persona.

28 OCT. 1960

Madrid,

MONSANTO COMPANY,

J. GÓMEZ ACEBO Y MODEI  
D. P. González F. Hernández Ruiz