



343007

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE 2-(3',4'-DICLORO-FENIL)-4,6-DICLOROTRIAZINA", a favor de la firma suiza CIBA DOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es conocido, hacer reaccionar cloruro de tricianógeno en presencia de cloruro de aluminio con ciertos compuestos aromáticos. Sin embargo solo es posible en casos excepcionales, obtener derivados unitarios mono o disustituidos del cloruro de tricianógeno. Asimismo cuando se deja reaccionar uno tras otro el compuesto aromático y el cloruro de tricianógeno en la proporción de dosis molecular 1:1, se origina en general una mezcla, que contiene además de cloruro de tricianógeno no alterado, producto de mono-, di- y trisustitución. Por lo tanto es fácil de comprender que para la pre-

5.

10.

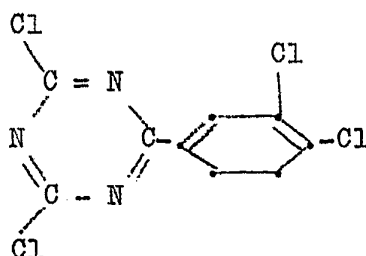


343007

paración de diclorotriacinas monosustituidas y monocloro-triacinas disustituidas unitarias se siguen otros caminos, en los que no se parte de cloruro de triclanógeno, sino que se estructura el anillo de triazina según otros métodos.

5. Ahora se ha hallado, que puede obtenerse en forma sorprendente, la 2-(3',4'-diclorofenil)-4,6-dicloro-triazina de la fórmula

10.



15. en buen rendimiento sin reacciones concurrentes considerables, al hacer reaccionar cloruro de triclanógeno a temperaturas elevadas, con 1,2-diclorobenceno en presencia de catalizadores Friedel-Crafts. De preferencia se hace reaccionar el cloruro de triclanógeno con 1,2-diclorobenceno en exceso en presencia
20. de cloruro de aluminio en medio exento de agua a temperaturas de 150° C por lo menos, por ejemplo a reflujo.

En esta reacción se origina el producto de monosustitución, y en especial, en el caso en que no es de suponer, o sea cuando se trabaja con gran exceso en 1,2-di



343007

clorobenceno. Todavía en el año 1962 se presentó para patente un procedimiento entre tanto publicado, en el que se preparaba la 2-aril-4,6-dicloro-1,3,5-triazina en forma complicada a partir del clorhidrato de benzamidina y dicloruro de isocianuro tricolorometílico.

- 5.
- Un exceso en 1,2-diclorobenceno o eventualmente la adición de un disolvente orgánico inerte es de recomendar en las bases de técnicas de explotación, sobre todo porque con esto la mezcla reaccional permanece muy fluída y fácilmente agitable. La reacción se efectúa convenientemente a temperaturas de 150°C por lo menos y en la zona entre 150°C y el punto de ebullición de la mezcla reaccional, ventajosamente a temperatura de ebullición, con lo cual se elimina corrientemente el gas clorhídrico originado bajo refrigeración por reflujo.
- 10.
- 15.

- Como catalizador Friedel-Crafts se utiliza de preferencia cloruro de aluminio, por ejemplo en dosis de 0,7 a 3 moles por cada mol de cloruro de tricianógeno. La mezcla reaccional puede elaborarse usualmente en forma de por sí conocida, por ejemplo en la que se deja enfriar, se vierte sobre hielo, se elimina un exceso en 1,2-diclorobenceno mediante destilación de vapor de agua, se separa por residuo mantenido sólido de la fase acuosa y se destila en vacío la 2-(3',4'-diclorofenil)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina.
- 20.

- En los ejemplos siguientes, las partes significan partes en peso.
- 25.



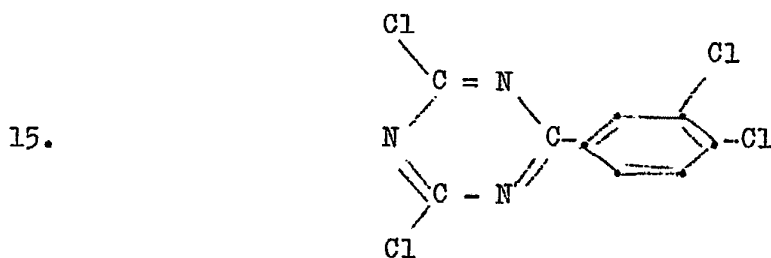
343007

EJEMPLO 1

46,1 partes de cloruro de triclorógeno y 33,25 partes de cloruro de aluminio exento de agua se deslían a reflujo (180° C) durante 74 horas, en 1500 partes de 1,2-diclorobenceno. Tras el enfriado de la mezcla reaccional se destila en vapor de agua y luego se separa por succión el producto bruto precipitado.

Rendimiento en producto bruto: 32 partes (45%).

20 partes del producto bruto dan tras purificación con benceno en óxido de aluminio de la actividad I, 7,25 partes del compuesto de la fórmula



20. con un punto de fusión de 129 a 133,5° C. Una prueba sublimada da el punto de fusión de análisis de 140,5 a 141° C. y los valores de análisis siguientes:

calculado:	C 36,65	H 1,03	Cl 48,08
hallado:	C 36,95	H 1,06	Cl 48.20



343007

- Si en el ejemplo precedente se eleva la dosis de cloruro de aluminio a 100%, se utilizan 750 cc de 1,2-diclorobenceno y el tiempo reaccional se extiende a 96 horas (a una temperatura reaccional de 180°C), se obtiene un
5. rendimiento puro de producto destilado de 60,5 gramos, que corresponden al 82% del valor teórico.

EJEMPLO 2

- Si se emplean en el ejemplo 1 66,5 partes de cloruro de aluminio en lugar de 33,25 partes y se eleva el tiempo reaccional a 95 horas, se obtienen 75,2 partes de producto bruto (102%).
- 10.

- Si se purifican 20 partes de este producto bruto en óxido de aluminio de la actividad I con benceno, se obtienen 9,25 partes (47%) de un producto con punto de fusión de 133 a 135°C.
- 15.

Si se destilan 50 partes del producto bruto al alto vacío de 0,3 mm y 170 a 175°C de temperatura de destilación, se obtienen 28,7 partes (58,5%) de un producto con un punto de fusión de 141 a 142°C.



343007

N O T A

Descrito el objeto del presente escrito, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 10262/66 del 14 de Julio de 1966.

5. 1. Procedimiento para la preparación de 2-(3',4'-diclorofenil)-4,6-diclorotriazina, caracterizado porque se hace reaccionar a temperatura elevada y en presencia de catalizadores Friedel-Crafts, cloruro de triclorógeno con 1,2-diclorobenceno.
10. 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, para la preparación de 2-(3',4'-diclorofenil)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina, caracterizado porque se hace reaccionar a temperaturas de 150° C por lo menos, en medio exento de agua y en presencia de cloruro de aluminio, cloruro de triclorógeno con 1,2-diclorobenceno en exceso.
15. 3. Procedimiento para la preparación de 2-(3',4'-diclorofenil)-4,6-diclorotriazina.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de siete hojas foliadas

= 7 =



343007

y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 13 de Julio de 1967

p.a.



Firmado: JOSE RODRIGUEZ