



29-3-71

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE <u>C07</u>	<u>A01</u>
SUBCLASE <u>C</u>	<u>N</u>

389679

MEMORIA DESCRIPTIVA
de una Patente de Invención a nombre de:
AMCHEM PRODUCTS, INC., una Corporación
organizada bajo las Leyes de la Common-
wealth de Pensilvania, de nacionalidad
estadounidense, domiciliada en Brookside
Avenue, Ambler, Pennsylvania, (U.S.A.);
por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE UNA MONO-N-SUSTITUIDA-4-BUTIL-2,6-DI
NITROANILINA".

-----ooo000ooo-----

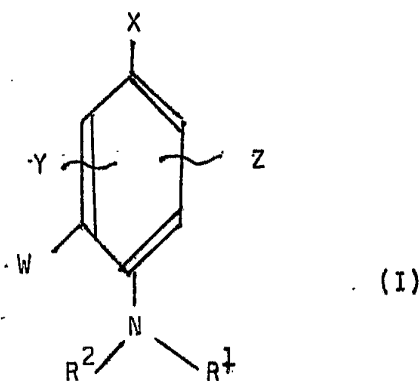
Este invento se refiere a un procedimiento para preparar ciertas 4-butil-2,6-dinitroanilinas y sus derivados que despliegan actividad herbicida.

5 Son conocidas muchas 2,6-dinitroanilinas, tanto por su actividad como herbicidas como por otras razones por ejemplo, como fungicidas.

Así la patente de los Estados Unidos número 3.119.736 describe el hecho de que compuestos de la fórmula general I

389679

29

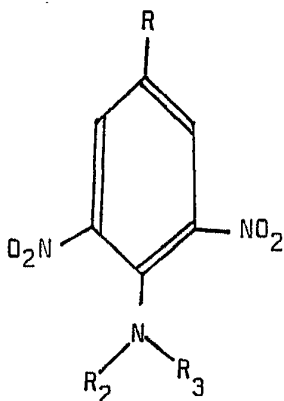


(en que R^1 representa un átomo de hidrógeno o un radical al-
5 cohilo o acilo inferior, R^2 representa un átomo de hidrógeno
o un radical alcoholo inferior, W y X representan grupos ha-
lógeno o nitro, alcoholo o alcoxi, e Y y Z representan grupos
hidrógeno, halógeno o nitro, con la condición de que al menos uno
y no más de los de W, X Y y Z representen un grupo nitro) son
10 útiles como fungicidas, e indica que un cierto número de com-
puestos, entre los cuales se encuentran 2,4-dinitroanilina,
2,4,6-trinitroanilina y 4-metil-2-nitroanilina, son de utili-
dad particular. Patentes correspondientes son la patente bri-
tánica número 845.916, la patente francesa número 1.217.677
15 y la patente alemana número 1.108.975.

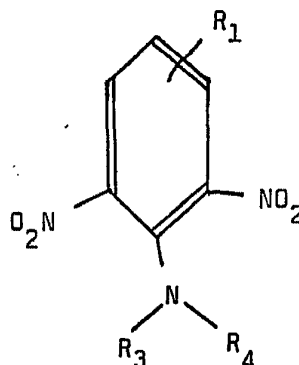
La patente de los Estados Unidos 3.257.190 describe
que compuestos de las fórmulas generales II o IIa

389679

29



5



10

15

20

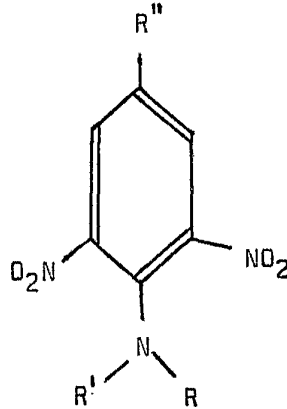
(en que R es H, alcoxi inferior o dialcohilo inferior - carba
milo; R₁ es alcohilo inferior - que tiene de 1 a 3 átomos de
carbono, grupo ciano, alcohilo inferior sustituido por halóge
no, o halo; R₂ es etilo, n-propilo, n-butilo, sec-butilo, iso
butilo o alcohilo inferior sustituido por alcohiloxi inferior;
y R₃ y R₄, tomados sólo, son alcohilo C₁-C₅, alquenilo C₂-C₅,
alquinilo C₂-C₅, alcohilo inferior sustituido por alcohiloxi
inferior y alcohilo sustituido por di-alcohiloxi inferior; R₂;
y R₃, y R₃ y R₄, cuando se toman conjuntamente con el átomo de
nitrógeno con el que están unidos, forman un miembro del grupo
que consiste en radicales pirrolidino y piperidino, sometido
a la restricción de que la suma de los átomos de carbono en
las cadenas hidrocarbonadas de R₂ y R₃ conjuntamente, y de R₃
y de R₄ conjuntamente, sea menor de 9) son útiles para elimi
nar hierbas en germinación y hierbas en forma de plantículas
y selectivamente hierbas de hoja ancha. Algunos compuestos pre
feridos son N,N-dimetil-2,6-dinitro-meta-toluidina, N,N-di-sec-
butil-4-trifluorometil-2,6-dinitro-anilina, y N-n-propil-N-ter-
butil-2,6-dinitro-para-toluidina.



389679

Compuestos similares están descritos en las DAS ale
mana número 1.300.727 que especifica que compuestos de la fó
mula general III

5



(III)

10

15

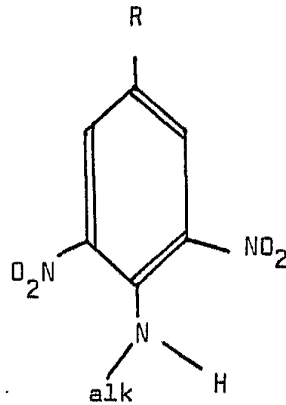
(en que R representa un grupo n-alcoñilo que tiene de 2 a 4
átomos de carbono o el grupo alilo, R' representa un grupo n-
alcoholo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o el grupo ali-
lo, y R'' representa hidrógeno, un átomo de halógeno, el grupo
trifluorometilo, o un grupo alcoholo que tiene de 1 a 4 átomos
de carbono, o R y R' conjuntamente con el átomo de nitrógeno
representan un anillo piperidino o pirrolidino con la condición
de que R'' no sea hidrógeno) son útiles como herbicidas selec-
tivos.

20

Algunos compuestos específicamente preferidos son
N,N-di-n-propil-4-ter-butil-2,6-dinitroanilina y N,N-di-n-pro
pil-4-sec-butil-2,6-dinitroanilina.

La patente de los Estados Unidos número 3.332.769
describe que compuestos de la fórmula general IV

389679

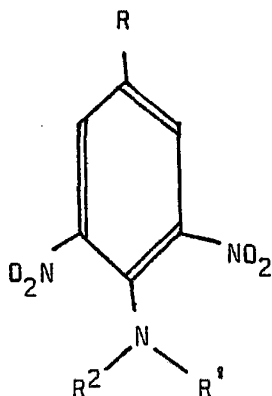


(IV)

5 (en que R es un miembro del grupo que consiste en hidrógeno,
alcohilo C_1-C_3 (tales como metilo, etilo, n-propilo o iso-pro-
pilo), halógeno, (tal como cloro, bromo, flúor y similares) , y
haloalcohilo C_1-C_3 (tales como triclorometilo, yodometilo, bro-
mometilo, pentafluoroetilo, heptafluoro-n-propilo, heptafluoro-
10 iso-propilo o trifluorometilo) y "alk" representa un grupo al-
cohilo secundario C_3-C_7 libre de átomos de carbono cuaternarios)
son útiles como herbicidas, entre los cuales son de utilidad
particular N-(sec-butil)-2,6-dinitro-4-fluoro-anilina, N-(2-
heptil)-2,6-dinitro-para-toluidina y N-(4-metil-2-pentil)-2,6-
15 dinitro-4-etil-anilina. Las patentes correspondientes son la
patente británica número 1.071.478 y la patente francesa núme-
ro 1.515.830.

Finalmente, la patente de los Estados Unidos número
3.449.111 describe que compuestos de la fórmula general V

389679



(V)

5 (en que R es hidrógeno, alcoholo C₁-C₃, halo que tiene un peso
átomico por debajo de 85, alcoholo C₁-C₃ halo-sustituido
en que halo tiene un peso atómico por debajo de 85, alcohol
C₁-C₃ sulfonilo, sulfonamido o ciano; y R¹ y R² son miembros
iguales o diferentes del grupo que consiste en etilo, n-butilo
10 y n-propilo) son útiles, en combinación con ciertos N,N-dial
cohiltiol carbamatos de alcoholo, como herbicidas en zonas
de crecimiento de cosechas. Algunos compuestos específicamen
te preferidos de la fórmula general IV son N,N-di-n-propil-
2,6-dinitroanilina y N,N-diethyl-4-n-propil-2,6-dinitroanilina.

15 Las utilizaciones herbicidas de estos derivados de
2,6-dinitroanilina son numerosas y de cierta importancia co
mercial. En general estas 2,6-dinitroanilinas sirven bien para
la eliminación de hierbas de hoja estrecha y de plantas de ho
ja ancha que infestan zanjas de drenaje, paseos o caminos de
20 grava, bordes o taludes de carreteras o zonas con arbolado.
También son apropiadas como herbicidas entre filas de plantas
de cosecha en campos de maiz (Zea maize), de algodón (Malva

389679



5 Gosypium) o de soja (Soja max), en sembrados de fresas (Fragaria) y en zonas portadoras de plantas de cosecha similares, con la condición de que sean aplicadas de una manera tal que no alcancen a las plantas portadoras de cosecha. Pueden ser también
10 utilizables como herbicidas para antes del bróte en el momento de plantar plantas de cosecha tales como algodón, maiz, soja, trigo (Triticum), remolacha (Beta vulgaris) y similares. Cuando se aplican de este modo, las 2,6-dinitroanilinas eliminarán las males hierbas de germinación sin afectar de modo desfavorable la germinación y el crecimiento de las plantas de cosecha deseadas.

Entre los derivados de 2,6-dinitroañilina que han en
contrado aceptación comercial se encuentran α, α, α -trifluoro-
15 2,6-dinitro-N,N-dipropil-para-toluidina (también conocida como trifluralina) y 4-(metilsulfonil)-2,6-dinitro-N,N-dipropil-anilina (también conocida como nitralina); siendo utilizadas éstas
20 dos como herbicidas para antes del brote sobre algodón, soja, habas secas (Phaseolus), remolacha de azúcar, guisantes (Pisum sativum) y otras plantas de cosechas. Otros derivados específicos de 2,6-dinitroanilina que han sido sugeridos con frecuencia para reprimir malas hierbas en zonas de cosecha incluyen la 2,6-dinitroanilina propiamente dicha y sus derivados N-etílicos y N-n-propíliticos, y 2,6-dinitro-para-toluídina y sus derivados N,N-di-n-propílicos y N,N-dialílicos. Compuestos de este tipo
25 po están descritos por ejemplo en las patentes arriba citadas.

A pesar de la buena actividad herbicida de estos de-

389679



5 rivados de 2,6-dinitroanilina, ninguno de ellos es enteramen-
te satisfactorio a cualquier respecto. Algunos de ellos son de
masiado costosos para permitir una aplicación externa y gene-
ral (dado que son disponibles sólo mediante técnicas de sínte-
sis complicadas que implican varias etapas que proporcionan
rendimientos relativamente bajos), la preparación de otros im-
plica derivados nitrados inestables, cuya manipulación es peli-
grosa y llena de riesgos, mientras que otros que son recomen-
dados como herbicidas no son en realidad suficientemente selec-
tivos en cuanto a su actividad (con demasiada frecuencia afec-
tan también desfavorablemente a las plantas de cosecha inclu-
so si se ha tenido cuidado de utilizar los productos químicos
en su nivel eficaz más bajo, y de evitar contacto directo con
las plantas de cosechas).

15 Hablando de modo general, los derivados de 2,6-dini-
troanilina que han probado ser comercialmente aceptables son los
derivados N,N-disustituídos, particularmente los que tienen un
grupo funcional distinto de alcoholo (por ejemplo halo, haloal-
coholo, metilsulfonilo y similares) en posición para con rela-
ción al grupo amino. Entre los compuestos N,N-disustituídos co-
nocidos de este tipo, se ha encontrado que los derivados metí-
licos son generalmente más eficaces que los derivados alcohíli-
cos superiores (por ejemplo derivados propílicos o butílicos).
Correspondientemente, los investigadores anteriores han vuelto
25 a los derivados 2,6-dinitrados que tienen, tal como se indica
arriba, un grupo funcional distinto de un grupo alcoholo en po-
sición para- o ningún grupo funcional de ninguna clase - y,

389679



29 MAR 1971

cuando se han explorado derivados alcohólicos, la experiencia ha preferido a los derivados de cadena carbonada más corta. Si
milarmente, en el caso de sustituyentes en el átomo de nitrógeno, los derivados di-sustituídos han sido preferidos con relación a los derivados monosustituídos.

Se ha encontrado que, a pesar de la experiencia con derivados N,N-disustituídos (en que un aumento del tamaño del sustituyente alcohólico en la posición para disminuye la eficacia del herbicida), ciertas de las mono N-sustituída-4-butil-
2,6-dinitroanilinas tienen una actividad herbicida desusadamente elevada, y exhiben una selectividad particularmente buena en una variedad de plantas de cosecha agronómicas. Los derivados N-monoalcohólicos, especialmente los derivados N-propílicos y N-butílicos, y particularmente los derivados isorpopílicos, sec-butílicos y ter-butílicos, han probado ser herbicidas desusadamente eficaces con respecto tanto a la represión de ma
las hierbas como a la seguridad o protección para las plantas de cosecha. La eficacia herbicida de los compuestos N-monosustituídos de este invento es particularmente sorprendente, si se la compara con la eficacia de los correspondientes derivados N,N-disustituídos. Por ejemplo, se ha encontrado que la 4-ter-butil-N-sec-butil-2,6-dinitroanilina tiene propiedades herbicidas selectivas únicas en su género, mientras que la correspondiente 4-ter-butil-N,N-di(sec-butil)-2,6-dinitroanilina no es ni aproximadamente tan eficaz como herbicida selectivo.

Posiblemente, resulte sorprendente que ninguna de estas 4-butil-2,6-dinitroanilinas haya sido descrita en la técnica

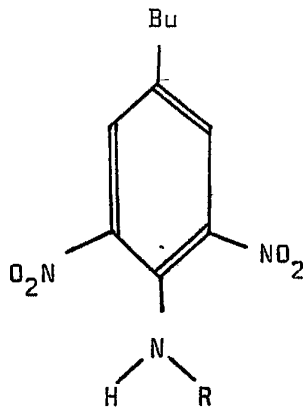
389679

29 MAY 1971



ca anterior - ni general ni específicamente - teniendo en cuenta los hechos de que, tal como se ha descubierto ahora, son muy eficaces como herbicidas, de que pueden ser preparadas con mucha facilidad por un proceso de síntesis conveniente y de que, cuando se emplean como herbicidas, han demostrado un efecto perjudicial mínimo, o esencialmente ningún efecto sobre las plantas de cosecha.

Las 2,6-dinitroanilinas de esta invención son las mono N-sustituída-4-butil-2,6-dinitroanilinas de la fórmula general VI



(VI)

15

(en que Bu representa ter-butilo o sec-butilo y R representa hidrógeno o un grupo alcohilo, cicloalcohilo, alquenoilo, alquínilo, alcoxi-alcohilo o dialcoxi-alcohilo), y sus sales.

20

El grupo alcohilo R puede ser un grupo alcohilo de cadena recta o ramificada, y preferiblemente contiene de 1 a 6 átomos de carbono (metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, ter-butilo, n-amilo, sec-amilo, hexilo, etc.) especialmente de 3 a 6 átomos de carbono. Se prefieren especialmente los grupos isopropilo, sec-butilo y ter-butilo.

389679

29



El grupo cicloalcoholo R es convenientemente monocíclico, y contiene ventajosamente de 3 a 6 átomos de carbono (ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo y ciclohexilo); se prefiere el grupo ciclohexilo.

El grupo cicloalcohol-alcoholo R contiene preferiblemente un número total de átomos de carbono desde 4 a 9 (ciclopropil-metilo, ciclobutil-etilo y ciclohexilpropilo, son ejemplos de ello); se prefiere el grupo ciclohexil-metilo.

El grupo alqueno R puede ser un grupo alqueno de cadena recta o ramificada (alilo, 2-butenilo, 3-butenilo, pentenilo, hexenilo, etc.) y preferiblemente contiene de 3 ó 4 átomos de carbono; se prefiere el grupo alilo.

El grupo alquino R puede ser un grupo alquino de cadena recta o ramificada (propinilo, 2-butinilo, 3-butinilo, pentinilo, etc.), y contiene preferiblemente 3 ó 4 átomos de carbono; un grupo alquino preferido es el grupo propinilo.

El grupo alcoxi-alcoholo R es convenientemente un grupo de la fórmula general $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_m-\text{O}-(\text{CH}_2)_n$, en que m es 0 ó 1 y n es un número entero de 1 hasta 6; ejemplos de dicho grupo son metoxi-metilo, metoxi-etilo, metoxi-propilo, metoxi-isopropilo, etoxi-metilo, etoxi-etilo, etoxi-propilo y etoxi-isopropilo.

El grupo dialcoxi-alcoholo R es ventajosamente un grupo de la fórmula general $(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_m-\text{O})_2-\text{C}_n\text{H}_{2n-1}$, en que m y n son como se han definido arriba; ejemplos de ellos son dimetoxi-metilo, dimetoxi-etilo, dimetoxi-propilo, dimetoxi-isopropilo, dietoxi-metilo, dietoxi-etilo, dietoxi-propilo y dietoxi-isopropilo.

389679

29



Dentro del margen amplio de la fórmula general VI, un grupo preferido de compuestos de este invento es aquel en que el grupo Bu es un grupo ter-butilo, y especialmente aquel en que el sustituyente R es un grupo alcoholo.

Los compuestos particularmente preferidos de la fórmula general VI son aquellos en que el grupo Bu es un grupo ter-butilo y el sustituyente R es un grupo alcoholo de cadena ramificada, particularmente un grupo sec-butilo o isopropilo.

Compuestos específicos preferidos de este invento (con sus puntos de fusión) son:

- (1) 4-ter-butil-N-metil-2,6-dinitroanilina (129-130°C);
- (2) 4-ter-butil-N-etil-2,6-dinitroanilina (70-73°C);
- (3) 4-ter-butil-N-isopropil-2,6-dinitroanilina (71-73°C);
- (4) 4-ter-butil-N-(n-butil)-2,6-dinitroanilina (63-65°C);
- (5) 4-ter-butil-N-(sec-butil)-2,6-dinitroanilina (60-62°C);
- (6) 4-ter-butil-N-(ter-butil)-2,6-dinitroanilina (81-83°C);
- (7) 4-ter-butil-N-(ter-pentil)-2,6-dinitroanilina (49-56°C);
- (8) 4-ter-butil-N-isopentil-2,6-dinitroanilina (38-40°C);
- (9) 4-ter-butil-N-alil-2,6-dinitroanilina (56-58°C);
- (10) 4-ter-butil-N-(3'-metoxi-propil)-2,6-dinitroanilina (41-45°C);
- (11) 4-ter-butil-N-(2',2'-dimetoxi-etil)-2,6-dinitroanilina
(líquido orgánico oscuro);
- (12) 4-ter-butil-N-ciclohexil-2,6-dinitroanilina (89-90°C);
- (13) 4-ter-butil-N-n-hexil-2,6-dinitroanilina (líquido);
- (14) 4-ter-butil-N-ciclopropil-2,6-dinitroanilina (125-126,5°C).
- (15) 4-ter-butil-N-(ciclopropil-metil)-2,6-dinitroanilina (-);
- (16) 4-sec-butil-N-metil-2,6-dinitroanilina (líquido orgánico oscuro);

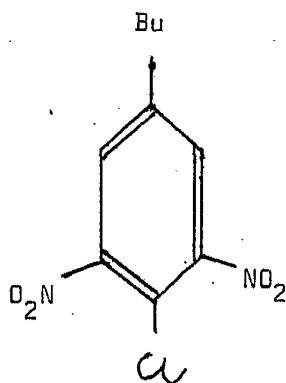
389679



- (17) 4-sec-butil-N-etil-2,6-dinitroanilina (44-45°C);
- (18) 4-sec-butil-N-isopropil-2,6-dinitroanilina (semi-sólido);
- (19) 4-sec-butil-N-sec-butil-2,6-dinitroanilina (líquido orgánico oscuro);
- 5 (20) 4-sec-butil-N-(n-butil)-2,6-dinitroanilina (líquido);
- (21) 4-sec-butil-N-(ter-butil)-2,6-dinitroanilina (33-38°C);
- (22) 4-sec-butil-N-ciclohexil-2,6-dinitroanilina (65-67°C);
- (23) 4-sec-butil-N-(2',2'-dimetoxi-etil)-2,6-dinitroanilina (líquido);
- 10 (24) 4-sec-butil-N-(3'-metoxi-propil)-2,6-dinitroanilina (líquido);

En un aspecto, este invento crea un procedimiento para la preparación de una mono-N-sustituída-4-butil-2,6-dinitroanilina de la fórmula general VI, en la cual una amina primaria correspondiente RNH_2 (R es tal como se ha definido anteriormente) es hecha reaccionar con un cloruro de 4-butil-2,6-dinitro-fenilo apropiado de la fórmula general VII

15



(VII)

20

(en que Bu es tal como se define anteriormente)

Estas aminas son generalmente líquidas, y son solubles en los disolventes orgánicos inertes usuales tales como tolueno,

389679

29 MAR 1979



5 xileno y etanol, que por lo tanto pueden ser empleados como medio de reacción. Cuando la amina es soluble en agua, sin embargo, se puede emplear convenientemente un medio acuoso, tal como etanol acuoso. La reacción se lleva a cabo con facilidad añadiendo gota a gota una solución del reactivo de amina en el disolvente apropiado al cloruro de fenilo en el mismo disolvente y la amina es empleada preferiblemente en una cantidad en exceso sobre una base molar. Después de completar la adición, la mezcla es calentada a reflujo hasta que la reacción está completa
10 (el curso de la reacción puede ser vigilado por la formación de la sal de clorhidrato de la amina que no ha reaccionado que usualmente se separa en forma de un precipitado sólido), el precipitado es separado por filtración y el filtrado es evaporado hasta sequedad. El residuo sólido es luego recristalizado ventajosamente en un disolvente orgánico, tal como metanol o etanol, para
15 proporcionar un producto puro.

El material de partida de cloruro de 4-butil-2,6-dinitro-fenilo de fórmula general VII puede ser preparado convenientemente a partir de un correspondiente para-butil-fenol por la
20 siguiente sucesión de reacciones:

a) El para-butil-fenol, de fórmula general IX



(IX)

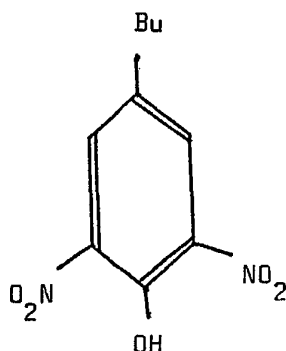
389679

29 MAR 1971



(en que Bu es tal como se define anteriormente) es nitrato, utilizando preferiblemente ácido nítrico en solución en ácido acético, para proporcionar el correspondiente 4-butil-2,6-dinitrofenol de fórmula general VIII

5



(VIII)

10

(en que Bu es tal como se define anteriormente). La etapa de nitración sigue procedimientos conocidos para nitrar fenoles, tal como será evidente de modo más completo a partir de los ejemplos específicos que se dan más abajo.

15

b) El 4-butil-2,6-dinitro-fenol obtenido anteriormente es convertido luego en el correspondiente cloruro de 4-butil-2,6-dinitro-fenilo de la fórmula general VII. Esta transformación, que constituye una etapa clave en el procedimiento para preparar los compuestos de este invento, se lleva a cabo empleando un agente clorante tal como cloruro de tionilo, oxígeno de fósforo o pentacloruro de fósforo en la presencia de un agente formador de complejos tal como se describe más abajo. Dichos agentes de cloración son bien conocidos en la técnica, aunque las condiciones bajo las que se emplean no son las condiciones de reacción usuales anteriormente conocidas en la técnica.

25

389679

29 MA



Usualmente, la cloración se lleva a cabo tratando el material de partida fenólico con un agente clorante en un disolvente inerte. Así, por ejemplo, Capon y Chapman (J. Chem. Soc. 1957, página 600), prepararon 5-ter-butil-2,4-dinitro-clorobenceno a partir de para(ter-butil)-anilina por la sucesión de reacción que implica acetilación, cloración, reacción de Sandmeyer, y nitración. Como otro ejemplo, la síntesis de 6-ter-butil-2,4-dinitro-clorobenceno se ha logrado (C. A. 50, 11.260b) nitrando 2-ter-butilfenol, metilando el dinitro derivado resultante, convirtiendo el compuesto metoxi en la amina, siguiendo por diazotación y reacción de Sandmeyer.

Se ha encontrado ahora que la cloración del 4-butil-2,6-dinitrofenol se puede llevar a cabo empleando, en calidad de agente de cloración, uno de los agentes clorantes arriba mencionados juntamente con una amida, tal como formamida, acetamida, propionamida (o sus derivados alcoholados tales como dimetilformamida DMF). El agente clorante y la amida son utilizados preferiblemente en cantidades casi equimolares (aunque puede haber un exceso del agente clorante); en cualquier caso, la acetamida y el agente clorante deberán estar ordinariamente ambos presentes en cantidades molares iguales o mayores que la cantidad del 4-butil-2,6-dinitro-fenol.

La reacción se lleva a cabo convenientemente en un disolvente orgánico inerte tal como tolueno o xileno, y la temperatura de reacción es ventajosamente la temperatura de reflujo de la mezcla de reacción (usualmente aproximadamente 110 hasta 120°C), aunque se pueden emplear también temperaturas mayores

389679 29



5 o menores con tiempos de reacción correspondientemente más cor-
tos o más largos. La reacción está completa ordinariamente en
aproximadamente 12 hasta 16 horas, en cuyo momento el agente
clorante en exceso puede ser separado con facilidad desde la mez
cla de reacción por evaporación bajo presión reducida (aproxima
damente 30 mm de Hg). El compuesto clorado deseado permanece en
el líquido sobrenadante, mientras que el agente clorante y la
amida (presente en forma de complejo) se separan en forma de un
líquido denso y son eliminados con facilidad del líquido sobre-
nadante.

10 El producto clorado obtenido de esta manera puede ser
precipitado a partir de un disolvente orgánico inerte, tal como
n-hexano, para proporcionar el cloruro de 4-butil-2,6-dinitro-
fenilo puro con buen rendimiento, para utilizarse en el procedi
miento del invento.

15 Las mono-N-sustituída-4-butil-2,6-dinitroanilinas de
este invento tienen una actividad herbicida extremadamente in-
teresante, y por lo tanto pueden utilizarse en un procedimiento
para reprimir malas hierbas, particularmente de una manera selec
tiva. Detalles de esta actividad junto con un procedimiento para
preparar composiciones que contienen el compuesto para uso en la
20 inhibición o regulación del desarrollo vegetal están descritos
en nuestra solicitud 385.725 igualmente pendiente, de la cual la
pesente solicitud ha sido desglosada.

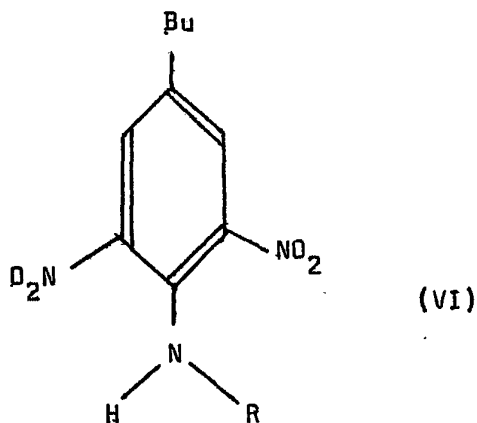


----- N O T A -----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

1.- Procedimiento para la preparación de una mono-N-sustituída-4-butil-2,6-dinitroanilina de la fórmula general VI

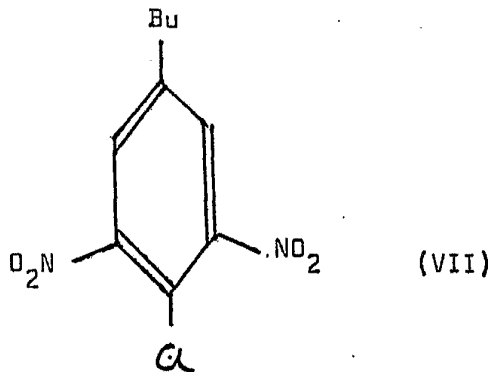
5



10

(en que Bu representa ter-butilo o sec-butilo; y R representa hidrógeno o un grupo alcoholo, cicloalcoholo, alqueno, alquino, alcoxi-alcoholo o dialcoxi-alcoholo), caracterizado porque una correspondiente amina primaria $R N H_2$ (R queda definido como más arriba) es hecha reaccionar con un cloruro de 4-butil-2,6-dinitro-fenilo apropiado de la fórmula general VII

15



en que Bu es tal como se define más arriba.



2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado porque un disolvente orgánico inerte es empleado como medio de reacción.

5 3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el disolvente es tolueno, xileno o etanol.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se emplea un medio acuoso.

10 5.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el medio acuoso es etanol acuoso.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la amina se emplea en una cantidad en exceso sobre una base molar.

15 7.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material de partida de cloruro de 4-butil-2,6-dinitro-fenilo de la fórmula general VII se prepara haciendo reaccionar un correspondiente 4-butil-2,6-dinitro-fenol con un agente clorante en la presencia de una amida formadora de complejos.

20 8.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente clorante es cloruro de tionilo, oxiclорuro de fósforo o pentacloruro de fósforo.

25 9.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la amida es formamida, acetamida o propionamida (o sus derivados alcoholados, tales como dimetilformamida).

10.- Procedimiento según las reivindicaciones an-



teriores, caracterizado porque el agente clorante y la amida se utilizan en cantidades aproximadamente equimolares.

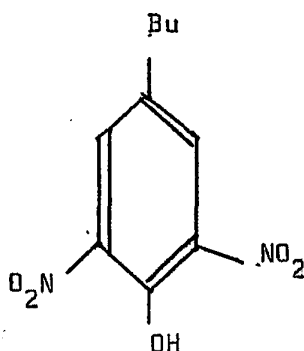
5 11.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la acetamida y el agente clorante han de estar presentes ambos en cantidades molares iguales o mayores a la cantidad del 4-butil-2,6-dinitro-fenol.

12.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en un disolvente orgánico inerte.

10 13.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el disolvente es tolueno o xileno.

15 14.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de reacción es la temperatura de reflujo de la mezcla de reacción.

15.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material de partida 4-terbutil-2,6-dinitro-fenol de la fórmula general VIII



(VIII)



se prepara nitrando un correspondiente para-butyl-fenol, de fórmula general IX



(IX)

5 (en que Bu es tal como se define en la reivindicación 1).

16.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la nitración se efectúa utilizando ácido nítrico en solución en ácido acético.

10 17.- "Procedimiento para la preparación de una mono-N-sustituida-4-butyl-2,6-dinitroanilina".

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 29 MAR. 1971

CARLOS ESTEBAN VARELA
F.P.