

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	484109		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			12 SET. 1979		

(CASE 2/78)

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

60	PRIORIDADES:	62	FECHA	63	PAIS
	61	NUMERO			

64	FECHA DE PUBLICIDAD	65	CLASIFICACION INTERNACIONAL	66	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07D 251/50 / A01N 9/22		

69	TITULO DE LA INVENCION
	"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CLORO-BIS (ALQUILAMINO)- -S-TRIACINAS"

71	SOLICITANTE (S)
	RUMIANCA S.p.A.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Corso Montevecchio 37/39 - TURIN (Italia)

72	INVENTOR (ES)
	Vittorio MESSORI.

73	TITULAR (ES)
	RUMIANCA S.p.A.

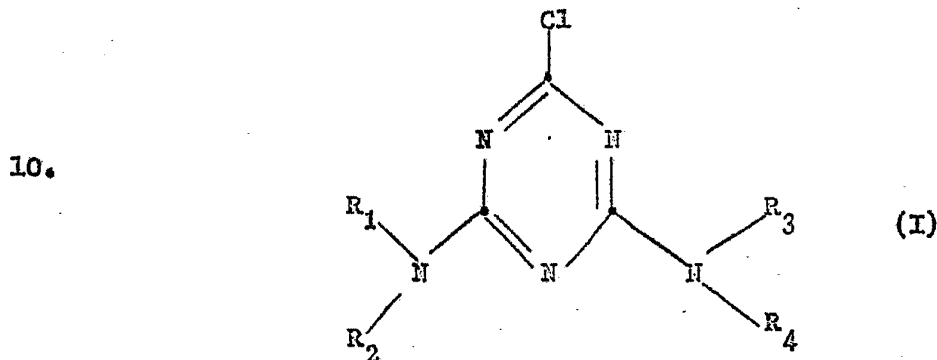
74	REPRESENTANTE
	D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

**POOR
QUALITY**

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a un procedimiento mejorado para la preparación de cloro-bis(alquilamino)-s-triacinas.

5. Las cloro-bis(alquilamino)-s-triacinas son compuestos definibles por medio de la fórmula general:



15. en donde

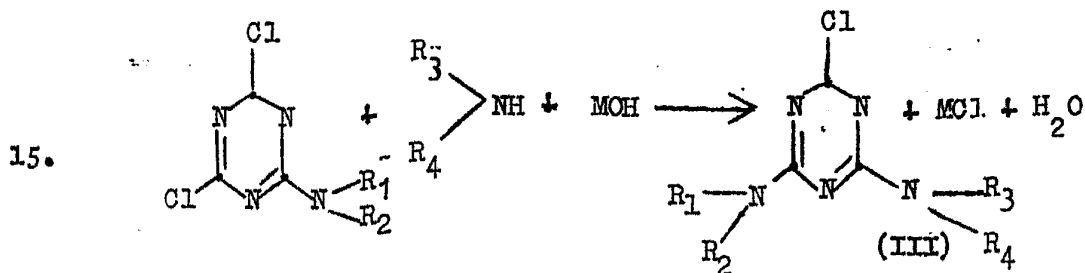
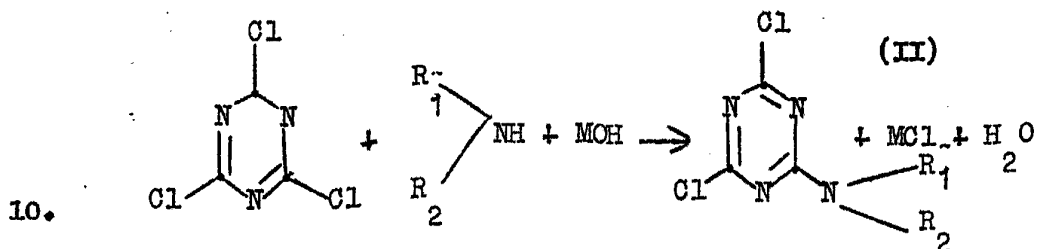
R₁, R₂, R₃ y R₄ son, independientemente, hidrógeno, un radical de alquilo conteniendo de 1 a 5 átomos de carbono, o grupos particulares de una naturaleza distinta al grupo de alquilo.

20. Las cloro-bis(alquilamino)-s-triacinas son herbicidas valiosos y los compuestos mas conocidos pertenecientes a este grupo son: 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina (atracina), 2-cloro-4,6-bis(etilamino)-s-triacina (simacina) y 2-cloro-4,6-bis(isopropilamino)-s-triacina (propacina). Las características herbicidas de estos compuestos se describen en la patente estadounidense 2.891.855 dada aquí como referencia.

30. Las cloro-bis(alquilamino)-s-triacinas se preparan, generalmente, a partir de cloruro cianúrico mediante la sustitución por etapas de dos átomos de cloro, tal como indica, por ejemplo, W. Pearlman y C.K. Banks en

J. Am. Chem. Soc. 70, 3726 (1948). En la práctica la reacción se lleva a cabo según el esquema general:

5.



20.

en donde

M representa un metal alcalino.

En particular la preparación de atracina

25. se lleva a cabo, por lo general, siguiendo un método discontinuo, haciendo reaccionar, en una primera etapa de reacción, cloruro cianídrico con isopropilamina en presencia de hidróxido sódico para proporcionar 2,4-dicloro-6-isopropilamino-*s*-triacina. Esta última se hace reaccionar,
30. en una segunda etapa, con etilamina y con una cantidad adicional de hidróxido sódico con la formación subsiguien-

te del producto deseado, 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina.

En el arte se han intentado diversas formas de llevar a cabo las reacciones anteriores (II) y (III) y,

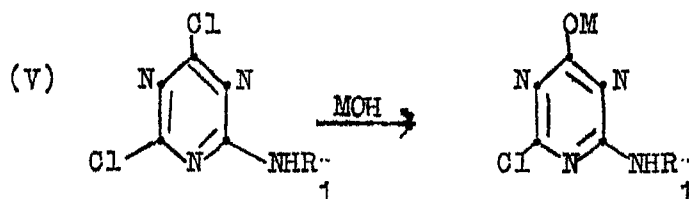
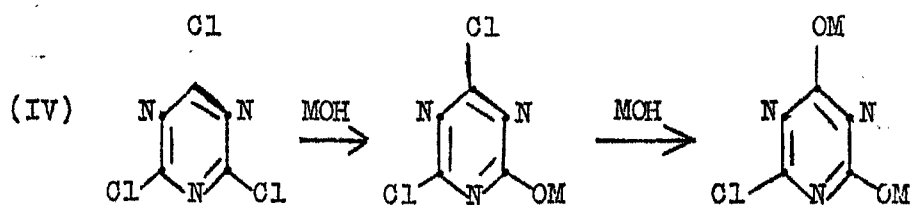
5. en particular, se han utilizado distintos medios de reacción para mejorar el rendimiento y/o calidad del producto final. Así pues se ha propuesto ya llevar a cabo las reacciones en los medios siguientes:
- un medio acuoso conteniendo un agente tensoactivo
10. capaz de mantener el cloruro cianúrico en suspensión en un estado finamente dividido;
- un medio de una sola fase de agua-compuesto orgánico, tal como agua-acetona, agua-dioxano o agua-acetonitrilo, en donde el compuesto orgánico es un disolvente para el cloruro cianúrico y es miscible con agua en todas las proporciones;
- 15.
- un medio de dos fases de agua-compuesto-orgánico, tal como agua-clorobenceno, agua-tolueno o agua-tetracloruro de carbono, en donde el compuesto orgánico es un disolvente para el cloruro cianúrico pero es sustancialmente inmiscible en agua;
- 20.
- un medio de dos fases de agua-compuesto orgánico tal como agua-metil-etil-cetona, agua-metil-propil-cetona o agua-dietil-cetona, en donde el compuesto orgánico es un disolvente para el cloruro cianúrico y es solo parcialmente miscible en agua;
- 25.

Por último se han descrito procedimientos en donde las reacciones se llevan a cabo en un medio no acuoso.

30. Cualquiera que sea el medio reaccional elegido la primera etapa de reacción (reacción II) se lleva a

cabo, usualmente, con un cloruro cianúrico:amina: hidróxido de metal alcalino en relación molar de 1:1:1, mientras que la segunda etapa (reacción III) se lleva a cabo con un ligero exceso de la amina y del hidróxido de metal alcalino en comparación con el valor estequiométrico (típicamente un exceso molar del 3%) para asegurar la reacción completa del intermediario: 2,4-dicloro-6-alkila-amino-s-triacina.

En los procedimientos que se discuten el rendimiento de la cloro-bis(alkilamino)-s-triacina y su pureza están limitados por reacciones secundarias, tal como las reacciones (IV) y (V) que se exponen a continuación, y especialmente por la reacción entre el hidróxido de metal alcalino y el intermediario producido por la sustitución del primer átomo de cloro en el cloruro cianúrico:



Debido a la posible ocurrencia de estas reacciones secundarias en el arte anterior el procedimiento para la preparación de una cloro-di(alquilamino)-s-triacina se lleva a cabo con mezclas de reacción en donde la

5. cantidad de hidróxido de metal alcalino libre se mantiene a valores inapreciablemente bajos en cada momento, usualmente alimentando gradualmente el hidróxido de metal alcalino en la mezcla reaccional que contiene todo el cloruro cianúrico y toda la amina. Un método de esta índole
10. se describe, por ejemplo, en la patente estadounidense 4.058.662.

- Alternativamente cantidades equivalentes de la amina y del hidróxido de metal alcalino se alimentan gradualmente en un medio reaccional que contiene todo el
15. cloruro cianúrico necesario para la reacción. Así pues, por ejemplo, según la patente estadounidense 4.099.006; la amina y el hidróxido de metal alcalino se alimentan gradualmente a distinta velocidad en un medio reaccional que contiene el cloruro cianúrico. Más concretamente, según
20. esta patente, se mantiene un exceso de la amina con respecto al hidróxido de metal alcalino en el medio de reacción en cualquier momento y se obtienen buenos rendimientos de las cloro-di(alquilamino)-s-triacinas con buena pureza. En particular este método resulta en una notable reducción
25. en la formación de los sub-productos de las reacciones secundarias del hidróxido de metal alcalino con el cloruro cianúrico y su primer producto de sustitución.

- Se ha encontrado ahora posible aumentar el rendimiento y la pureza de las cloro-di-(alquilamino)-s-
30. -triacinas aún más por medio de un procedimiento mejorado que permite una simplificación considerable del procedi-

miento operativo.

- Así pues el invento proporciona un procedimiento para la preparación de cloro-bis(alquilamino)-s-triacina mediante la sustitución por etapas de dos átomos de cloro de cloruro cianúrico por medio de grupos alquilamino en un medio que comprende agua y un compuesto orgánico líquido que es un disolvente para el cloruro cianúrico, mediante reacción en una primera etapa de una primera amina, cloruro cianúrico e hidróxido de metal alcalino en cantidades sustancialmente equimoleculares y mediante reacción en una segunda etapa de la mono(alquilamino)-s-triacina resultante, una segunda amina y un hidróxido de metal alcalino en cantidades sustancialmente equimoleculares, que se caracteriza porque dicho compuesto orgánico es sustancialmente inmiscible con agua y posteriormente porque dicha primera etapa se lleva a cabo poniendo en contacto dicha primera amina con un medio reaccional que contiene el cloruro cianúrico y el total del hidróxido de metal alcalino utilizado para la sustitución por etapas.

- El presente invento se basa, esencialmente, en el descubrimiento de que es posible evitar, de forma completa o sustancialmente, la hidrólisis del cloruro cianúrico cuando se lleva a cabo la reacción por etapas en presencia al inicio de todo el hidróxido de metal alcalino necesario para la reacción y utilizando un medio reaccional de dos fases del tipo anteriormente descrito.

- Así pues este método, por otra parte, permite una apreciable simplificación del procedimiento operativo y, por otra parte permite obtener elevados ren-

dimientos de la reacción de las cloro-di(alquilamino)-5-triacinas con elevada pureza.

- Se considera que estos resultados deseables se deben, por lo menos en cierta medida, a la presencia del hidróxido de metal alcalino en la fase acuosa que reduce drásticamente la solubilidad en esta fase de la alquilamina adicionada al medio reaccional. De aquí que la amina se transfiera prácticamente de forma cuantitativa a la fase orgánica y tiene un efecto beneficioso tanto sobre la velocidad como sobre la selectividad de la reacción. Aún el cloruro de metal alcalino, que se sustituye gradualmente para el hidróxido de metal alcalino en el curso de la reacción, contribuye a reducir la solubilidad de la alquilamina en la fase acuosa, de modo que todo el curso de la reacción se lleva a cabo bajo condiciones que aseguran la inmediata transferencia de la alquilamina en la fase orgánica cuando se adiciona el medio reaccional.

Estas condiciones no se obtienen cuando...

- la reacción por etapas se lleva a cabo siguiendo los métodos conocidos en donde el hidróxido de metal alcalino y posiblemente la alquilamina, se adiciona gradualmente al medio de dos fases que contiene el cloruro cianúrico. Bajo estas circunstancias la alquilamina se distribuye entre las fases acuosa y orgánica y es solo cuando prosigue la reacción que la fracción presente en la fase acuosa migra hacia la fase orgánica.

Los compuestos orgánicos utilizados en el sistema de dos fases del procedimiento del presente invento deben satisfacer las condiciones siguientes:

30. - carecer de reactividad frente a los reactivos y productos de reacción;

- buen poder de solvatación para el cloruro cianídrico;
- contenido de agua, bajo condiciones de saturación, no superior al 0,3% y, de preferencia, inferior al 0,1% en peso.

5. Los compuestos orgánicos preferidos son tolueno, xileno, clorobenceno y tetracloruro de carbono. La insolubilidad o solubilidad inapreciable del agua en el disolvente orgánico es también ventajoso con respecto a la reciclización de dicho disolvente después de la separación de los productos de reacción. En efecto, el disolvente puede destilarse en forma de una mezcla azeotrópica con agua y reciclarse después de una simple separación de fases. Se apreciará también que un contenido de agua superior al 0,3% en peso en el disolvente orgánico bajo las condiciones en donde se lleva a cabo la reacción es perjudicial por cuando da lugar a una rápida hidrólisis del cloruro cianídrico.
10. Convenientemente en el medio reaccional de dos fases se mantiene una relación ponderal de agua/compuesto orgánico comprendida entre 0,2:1 y 0,8:1.
15. Las otras condiciones operativas no se apartan sustancialmente de las convencionalmente utilizadas en el arte. Así pues, por ejemplo, la reacción por etapas puede llevarse a cabo a una temperatura comprendida entre 0°C y 100°C. El hidróxido de metal alcalino es, de preferencia, hidróxido sódico. La cantidad de hidróxido de metal alcalino es sustancialmente la necesaria para la formación de la cloro-bis(alquilamino)- β -triacina y es generalmente preferible utilizar un ligero exceso de hidróxido (por ejemplo hasta un exceso del 5% molar) con respecto a la cantidad estequiométricamente requerida para la reacción
- 20.
- 25.
- 30.

por etapas. De preferencia la relación molar entre cloruro cianúrico e hidróxido se mantiene a un valor comprendido entre 1:2 y 1:2,05.

- La cantidad de alquilamina utilizada en la
5. primera etapa de reacción es equivalente, o casi equivalente, a la necesaria para la formación del intermediario de 2,4-dicloro-6-alquilamino-s-triacina. En el caso de un procedimiento discontinuo la temperatura se mantiene, por lo general, a un valor no superior a 60°C y, de preferencia, no superior a alrededor de 25°C. En el caso de un
 10. método continuo la temperatura se mantiene, generalmente, a un valor no superior a 90°C. Por lo general no se aplica sobrepresión, o se aplica la sobrepresión necesaria para mantener el medio reaccional en la fase líquida.
 15. Convenientemente la cantidad de derivado de monoalquilamino al final de la primera etapa está comprendida entre 10 y 20% en peso con respecto al peso del disolvente orgánico elegido.
- En la segunda etapa reaccional es conveniente,
20. por lo general, utilizar un ligero exceso molar de alquilamina, tal como de 1 a 5% molar, con respecto a la cantidad estequiométricamente requerida para la segunda etapa reaccional, con el fin de asegurar una conversión sustancialmente completa del derivado de mono (alquilamino).
 25. Por consiguiente la relación molar entre cloruro cianúrico y alquilamina utilizada en las dos etapas está comprendida por lo general entre 1:2 y 1:2,05. La segunda etapa se lleva a cabo, generalmente, a una temperatura comprendida entre 25° y 90-100°C.
 30. Convenientemente las alquilaminas utilizadas en la primera y segunda etapas reaccionales se alimentan a

la zona reaccional en forma de una solución acuosa.

El cloruro cianúrico se alimenta generalmente en forma de una solución en el disolvente orgánico elegido y el hidróxido en forma de una solución acuosa. Las alquilaminas utilizadas

5. en el procedimiento del invento son, de preferencia, monoalquilaminas.

El procedimiento del presente invento puede llevarse a cabo de forma continua o discontinua. Así pues, en el caso de la preparación discontinua de la 2-cloro-4-

10. -etilamino-6-isopropilamino-s-triacina (atracina) se utilizan las condiciones preferidas siguientes:

- se carga el cloruro cianúrico y el disolvente orgánico en un reactor convencional provisto de agitador, se enfría la mezcla a una temperatura comprendida entre 0^o y 5^oC y

15. se adiciona hidróxido sódico acuoso (típicamente solución del 30% en peso) en una cantidad de 2 a 2,05 moles por cada mol de cloruro cianúrico;

- se mantiene la masa bajo agitación y se adiciona gradualmente isopropilamina (de preferencia en una solución

20. acuosa al 70% en peso) en una cantidad de 1 mol por cada mol de cloruro cianúrico y los efectos térmicos se controlan de modo que la temperatura no exceda de alrededor de 25^oC;

- luego se adiciona gradualmente etilamina a la masa

25. agitada (de preferencia en una solución acuosa al 50% en peso) en cantidades de 1 a 1,05 moles por cada mol de cloruro cianúrico introducido inicialmente y se deja que prosiga la reacción hasta completarse, manteniéndose la temperatura por debajo de alrededor de 55^o-60^oC;

30. - por último se recupera la 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina de los productos reaccionales

- obtenidos. Son aplicables consideraciones totalmente similares en el caso de otras bis(alquilamino)-s-triacina.

El procedimiento del presente invento puede llevarse a cabo también de forma continua utilizando dos

5. o mas reactores de cascada o utilizando reactores tubulares. En el último caso la 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina puede prepararse bajo las condiciones generales siguientes:
 - se alimenta en el extremo de entrada del reactor tubular
10. el cloruro cianúrico disuelto en el disolvente orgánico, la isopropilamina y el hidróxido sódico acuoso en una relación molar de 1:1:2 a 1:1:2,05, llevándose a cabo la reacción en el reactor bajo condiciones turbulentas, a una temperatura no superior a 90°C, hasta que sustancialmente todo el cloruro cianúrico se ha convertido
15. en la 2,4-dicloro-6-isopropilamino-s-triacina;
- los productos de reacción descargados del extremo de salida del reactor se alimentan continuamente al extremo de entrada de un segundo reactor tubular junto con un
20. mol, o alrededor de un mol (hasta 1,05 moles) de monoetilamina por cada mol de cloruro cianúrico introducido inicialmente, llevándose a cabo de nuevo la reacción en el segundo reactor bajo condiciones turbulentas a una temperatura no superior a 100°C, hasta que se convierte
25. sustancialmente la 2,4-dicloro-6-isopropilamino-s-triacina en la 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina (atracina) y los productos de reacción se descargan de forma continua del extremo de salida del segundo reactor;
- se recupera la 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-
30. -triacina de dichos productos de reacción. De nuevo son aplicables consideraciones totalmente similares

en el caso de otras bis-(alquilamino)-s-triacinas.

Las dos etapas de reacción pueden llevarse a cabo en dos reactores tubulares distintos, tal como se ha indicado anteriormente, o en un solo reactor. En el

5. último caso el cloruro cianúrico disuelto en el disolvente orgánico elegido, el hidróxido sódico acuoso y la isopropilamina se alimentan al extremo de entrada del reactor en las cantidades indicadas anteriormente y la monoetilamina se alimenta a una posición intermedia apropiada.

10. Se apreciará que una parte de las alimentaciones de alquilamina puede introducirse en diversos puntos a lo largo de las zonas de reacción tubular, tanto en la primera como en la segunda etapa de reacción.

Según una modalidad preferida la 2-cloro-4-
15. -etilamino-6-isopropilamino-s-triacina se prepara en un reactor tubular, llevándose a cabo la primera etapa de sustitución bajo condiciones isotérmicas a una temperatura comprendida entre 30° y 90°C, o bajo condiciones adiabáticas a una temperatura comprendida entre 30° y 90°C, o bajo
20. condiciones adiabáticas con una temperatura máxima no superior a 90°C. Cuando la reacción se lleva a cabo adiabáticamente la temperatura de entrada de los reactivos no es crítica por cuanto que la reacción se inicia fácilmente aún a temperaturas relativamente bajas. Con respecto
25. a la segunda etapa de sustitución ésta puede llevarse a cabo bajo condiciones isotérmicas a una temperatura de 40°-50°C a 100°C o bajo condiciones adiabáticas con una temperatura máxima no superior a 100°C.

En cada caso el disolvente orgánico se
30. destila del producto de reacción a una presión igual o inferior a la atmosférica, en forma de una mezcla azeotró-

pica con agua. El destilado se separa en dos fases de las que la fase orgánica se recicla directamente a la reacción. El residuo de destilación está constituido por una densa suspensión de la 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina. Esta suspensión se filtra y luego se recupera la atracina siguiendo métodos conocidos.

Por medio del procedimiento del invento pueden prepararse todos los compuestos definibles por medio de la fórmula general (I) en donde R_1 , R_2 , R_3 y R_4 son, independientemente, hidrógeno, radicales de alquilo iguales o distintos, lineas, ramificados o cíclicos y con 1 a 5 átomos de carbono. Ejemplos de radicales de alquilo son: metilo, etilo, isopropilo, ciclopropilo, n-butilo, butilo secundario y butilo terciario.

En los ejemplos que siguen se hará referencia específica a la preparación de la 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina, pero son aplicables consideraciones totalmente similares a la preparación de otras cloro-bis(alquilamino)-s-triacinas.

EJEMPLO 1.

Se utiliza un reactor de 2 litros de capacidad provisto con agitador, camisa refrigerante, termómetro y medios para la alimentación de los reactivos.

Inicialmente se alimentan en el reactor 184 g (1 mol) de cloruro cianúrico en solución en alrededor de 500 g de tolueno. Tan pronto como se ha estabilizado la temperatura a 5°C se adicionan 273 g de una solución acuosa conteniendo 30% en peso de hidróxido sódico (2,05 moles). No se aprecia aumento de la temperatura y el pH se eleva desde un valor inicial de 2-3 a un valor del orden de 11,5-12, que se mantiene durante el curso de

la reacción subsiguiente.

Después de la adición del hidróxido
sódico acuoso se adicionan, bajo agitación, 84 g de una
solución acuosa conteniendo 70% en peso de isopropilamina
5. (1 mol). Esta adición se lleva a cabo gradualmente durante
un período de 20-25 minutos, durante cuyo tiempo la tempe-
ratura de la masa se eleva de 5°C a unos 22-25°C.

Al término de esta adición se adiciona
sin interrupción alrededor de 91,5 g de una solución acuosa
10. conteniendo 5% en peso de etilamina (1,02 moles) y bajo
fuerte agitación. Durante esta adición la temperatura se
eleva de 25°C a 5°C y el pH final es del orden de 11,5-12.

La suspensión así obtenida se destila para
recuperar el tolueno.

15. Se adicionan 370 g de agua al residuo de
destilación y se filtra la masa a 60°C. Se leva el sólido
filtrado con agua hasta que se ha eliminado por completo
el cloruro sódico.

Después de secado durante diez horas en un
20. horno a 90°C-100°C se obtiene la 2-cloro-4-etilamino-6-
-isopropilamino-s-triacina con una pureza del 98% y un
rendimiento del 96%.

EJEMPLO 2.

La reacción se lleva a cabo de forma continua
25. en un reactor tubular con un volumen total de 48 litros
y provisto con cuerpos de relleno. Los primeros 12 litros
del reactor están destinados a la sustitución del primer
átomo de cloro en el cloruro cianúrico (etapa a), desti-
nándose los 36 litros restantes a la sustitución del segundo
30. átomo de cloro (etapa b).

A la entrada del reactor se alimenta, de

forma continua, 1317 kg/hora de una solución de tolueno conteniendo 14% en peso de cloruro cianúrico y 882 kg/hora de una solución acuosa conteniendo 6,7% en peso de isopropilamina y 9,3% en peso de hidróxido sódico. Así pues

5. la relación molar entre cloruro cianúrico, isopropilamina e hidróxido sódico en la entrada a la etapa (a) es 1:1:2,05.

La reacción de la etapa (a) se lleva a cabo adiabáticamente con una temperatura de entrada de 18°C

10. y una temperatura de salida de 60°C.

A la entrada de la etapa (b) se alimenta, de forma continua, 90 kg/hora de una solución acuosa conteniendo 50% en peso de etilamina (1 K mol). No se efectúa intercambio entre las etapas (a) y (b) y la

15. mezcla reaccional se descarga por el extremo de salida del reactor a una temperatura de 85°C. La 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina se separa de los productos de reacción con una pureza del 99% y un rendimiento de alrededor del 99%.

20. EJEMPLO 3.

Se utiliza el reactor tubular del ejemplo 2 alimentándose de forma continua a la entrada a la etapa (a) tres soluciones separadas, o sea, 1.317 kg/hora de una solución toluénica conteniendo 14% en peso de cloruro

25. cianúrico, 84,4 kg/hora de una solución acuosa conteniendo 70% en peso de isopropilamina y 273,3 kg/hora de una solución acuosa conteniendo 30% en peso de hidróxido sódico. Así pues la relación molar entre el cloruro cianúrico, isopropilamina e hidróxido sódico a la entrada a la etapa (a) es de 1: 1:2,05.
30. La temperatura a la entrada en la etapa (a) es de 18°-20°C y se efectúa un enfriamiento para impedir que la temperatura

se eleva sobre alrededor de 60^o-65^oC en cualquier punto de la etapa (a).

- A la entrada de la etapa (b) se alimentan 92 kg/hora de una solución acuosa conteniendo 50% en peso de etilamina (1,02 K moles/hora). No se efectúa intercambio en la etapa (b) y la temperatura de la mezcla reaccional a la salida de esta etapa es de 80^oC. La 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triacina se separa de esta mezcla como en el ejemplo 1 con una pureza del 99% y con un rendimiento de alrededor del 99%.

==

N O T A

- Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

1. Un procedimiento para la preparación de cloro-bis(alquilamino)-s-triacina, mediante sustitución por etapas de dos átomos de cloro de cloruro cianúrico por grupos alquilamino en un medio que comprende agua y un compuesto orgánico líquido disolvente para el cloruro cianúrico, por reacción en una primera etapa de una primera amina, cloruro cianúrico e hidróxido de metal alcalino en cantidades sustancialmente equimolares y reacción, en una segunda etapa de la mono(alquilamino(-s-triacina resultante, una segunda amina y el hidróxido de metal alcalino en cantidades sustancialmente equimoleculares, caracterizado porque en su realización dicho compuesto orgánico disolvente para el cloruro cianúrico reactivo es sustancialmente inmisible con el agua y porque dicha primera etapa del proceso se lleva a cabo haciendo reaccionar dicha primera amina con un medio que contiene

el cloruro cianúrico y la totalidad del hidróxido de metal alcalino utilizado para la sustitución con ambas etapas.

5. 2.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque como disolvente para el cloruro cianúrico reactivo se utiliza un compuesto orgánico que tiene un contenido de agua, bajo condiciones de saturación, no superior al 0,3% en peso.

10. 3.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el citado compuesto orgánico se elige entre tolueno, xileno, clorobenceno y tetracloruro de carbono.

15. 4.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la citada reacción de sustitución por etapas se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 0 y 100°C.

20. 5.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque para su realización la relación molar entre el cloruro cianúrico y el hidróxido de metal alcalino que participa en el proceso está comprendida entre 1:2 y 1:2,05.

25. 6.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque preferentemente se mantiene una relación ponderal comprendida entre 0,2:1 y 0,8:1 entre el agua y el compuesto orgánico en el medio reaccional.

30. 7.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque preferentemente el hidróxido de metal alcalino que participa en la reacción es hidróxido sódico.

8.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado

porque en la segunda etapa del proceso dicha segunda amina participa en la reacción en un exceso molar no superior al 5% con respecto al valor estequiométrico.

5. 9.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicha primera amina reaccionante en la primera etapa del proceso es isopropilamina y dicha segunda amina reaccionante en la segunda etapa es monoetilamina.

10. 10.- Un procedimiento para la preparación de cloro-bis(alquilamino)-s-triacinas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 19 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

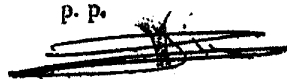
Madrid, a 12 Septiembre de 1979

15.

p.a.

JAIME ISERN

P. P.



Firmado: JESUS PICAZO