



CONFÉDÉRATION SUISSE  
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

① CH 658 452 A5

⑤ Int. Cl. 4: C 07 C 103/00

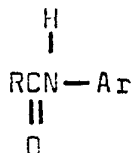
**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**  
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

<p>⑰ Numéro de la demande: 5188/83</p> <p>⑳ Date de dépôt: 23.09.1983</p> <p>⑳ Priorité(s): 23.09.1982 US 422222</p> <p>㉔ Brevet délivré le: 14.11.1986</p> <p>④⑤ Fascicule du brevet publié le: 14.11.1986</p>	<p>⑦③ Titulaire(s): PPG Industries, Inc., Pittsburgh/PA (US)</p> <p>⑦② Inventeur(s): Thompson, Ralph Brewster, Oakbrook/IL (US)</p> <p>⑦④ Mandataire: Kirker &amp; Cie SA, Genève</p>
---	---

⑤④ **Procédé pour préparer des N,N-diorganoamides à partir de N-organoamides dont le substituant à un encombrement stérique important.**

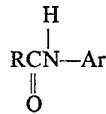
⑤⑦ Le N,N-diorganoamide est préparé en faisant réagir un amide ayant un substituant d'un encombrement stérique important représenté par la formule



où R est un hydrogène ou un groupe organique monovalent et Ar est un groupe aryl substitué au moins dans une position ortho avec un carbonate organique d'un alcool primaire.

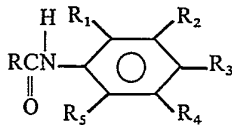
## REVENDEICATIONS

1. Procédé pour l'obtention d'un N,N-diorganoamide par réaction d'un amide avec le carbonate organique d'au moins un alcool primaire, caractérisé en ce que l'amide susmentionné a un substituant qui a un encombrement stérique important, cet amide étant représenté par la formule



où R est un hydrogène ou un groupe organique monovalent et Ar est un groupe aryl comportant un substituant au moins dans la position ortho.

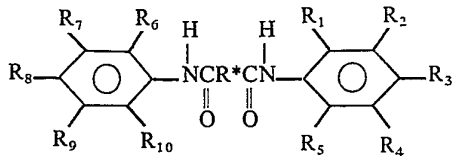
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'amide ayant un substituant à encombrement stérique important susmentionné est représenté par la formule



où R est un hydrogène ou un groupe organique monovalent, R<sub>1</sub> est un substituant, et R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> et R<sub>5</sub> sont chacun soit un hydrogène, soit un substituant.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>5</sub> sont tous des groupes halo.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'amide ayant un substituant à encombrement stérique important susmentionné est représenté par la formule



où R\* est un groupe organique divalent, R<sub>1</sub> et R<sub>6</sub> sont des substituants, et R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub> et R<sub>10</sub> sont chacun soit un hydrogène, soit un substituant.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que R<sub>5</sub> et R<sub>10</sub> sont des substituants.

6. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>8</sub> et R<sub>10</sub> sont des substituants.

7. Procédé selon la revendication 4, où R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>8</sub> et R<sub>10</sub> sont tous des groupes halo.

8. Procédé selon la revendication 4, où R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>8</sub> et R<sub>10</sub> sont tous des groupes chloro.

9. Procédé selon la revendication 4, où R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>8</sub> et R<sub>10</sub> sont tous des groupes bromo.

10. Procédé selon la revendication 4, où l'amide ayant un substituant à encombrement stérique important est le N,N'-bis(tribromophényl-2,4,6)-trans-butenediamide.

Il est souvent souhaité de pouvoir convertir des N-organoamides en N,N-diorganoamides. Lorsque le groupe N-organo présente un fort encombrement stérique et que l'atome d'hydrogène du groupe amide se trouve fortement masqué, cette conversion devient difficile à réaliser.

Il a maintenant été trouvé que beaucoup de carbonates organiques peuvent utilement servir à convertir des N-organoamides dont le substituant présente un fort encombrement stérique en N,N-diorganoamides.

L'objet de la présente invention est donc une méthode consistant à faire réagir un amide dont le substituant a un fort encombrement stérique représenté par la formule



où

a) R est un hydrogène ou un groupe organique monovalent, et

b) Ar est un groupe aryl, substitué au moins dans une position ortho,

avec un carbonate organique d'au moins un alcool primaire pour obtenir un N,N-diorganoamide.

De nombreux N-organoamides très différents dont le substituant présente un fort encombrement stérique peuvent être convertis en N,N-diorganoamides par le procédé de l'invention. La caractéristique commune de ces N-organoamides est qu'un groupe aryl comportant un substituant au moins dans une position ortho est fixé à l'azote de la fonction amide. En conséquence, R de la formule I peut être un hydrogène, ou un groupe organique monovalent qui ne soit pas de nature à empêcher la formation du N,N-diorganoamide. Le groupe organique monovalent peut être simple ou hautement complexe. Comme exemples de groupes organiques monovalents utilisables, on peut donner: alcoyl, alcényl, aryl, (cycloalcoyl)alcoyl, aryl-alcoyl et cycloalcoyl. Ces groupes organiques peuvent être substitués ou non substitués. Ils peuvent être inertes aux conditions de réaction, ou comporter certaines fonctions, comme la fonction mercapto, hydroxy, amino, amido, N-organoamido ou sélényl qui peuvent être réactives vis-à-vis du carbonate organique. Lorsqu'un groupe aryl ou un groupe comportant un élément aryl est utilisé, ce groupe ou cet élément aryl peut être homocyclique ou hétérocyclique; il peut aussi être monocyclique ou polycyclique.

De la même manière, le groupe Ar de la formule I peut varier considérablement. Pratiquement, tout groupe aryl comportant un substituant ortho qui n'est pas de nature à empêcher la formation de N,N-diorganoamide peut être utilisé; il peut être simple, ou très complexe; il peut être homocyclique ou hétérocyclique; il peut enfin être monocyclique ou polycyclique. Ce groupe aryl est substitué au moins dans une position ortho; il peut par ailleurs comporter des substituants additionnels dans d'autres positions, ou être exempt de tout substituant additionnel. Comme exemples de groupes aryl comportant un substituant en position ortho utilisables, on peut donner: phényl, pyridyl-2, pyridyl-3, pyrazinyl, pyridazinyl-2, naphtyl-1, naphtyl-2, quinolyl-2, isoquinolyl-3, carbazolyl-2, anthryl-2, phénanthryl-2 et acridinyl-2. C'est le groupe phényl qui est utilisé de préférence.

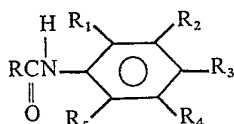
Le substituant ou les substituants attachés au groupe aryl peuvent aussi varier considérablement. Pratiquement, tout substituant qui n'est pas de nature à empêcher la formation de N,N-organoamide peut être utilisé. Ces substituants peuvent être inertes aux conditions de réaction, ce qui est habituellement le cas; un ou plusieurs des substituants peuvent aussi être réactifs dans ces conditions. Comme exemples de substituants utilisables, on peut donner: halo, nitro, alcoyl, alcoxy, alcoxyalcoyl, aryloxy, arylalcoyl, carboxy, acyloxy, aroyloxy, hydroxy, cyano, cycloalcoyl, (cycloalcoyl)alcoyl, acyl, aroyl, mercapto, alcoylthio, séléno, alcoylséléno, alcényl et alcanédiényl. Les substituants peuvent eux aussi être substitués: on peut avoir des groupes haloalcoyl, halocycloalcoyl, nitrobenzyl, etc. Parmi les dérivés halo, ce sont les dérivés chloro et bromo qui sont les plus usuels. Les groupes alcoyl peuvent être droits ou ramifiés et ont habituellement de 1 à environ 20 atomes de carbone. Les groupes alcoxy ont normalement de 1 à environ 4 atomes de carbone. Les groupes alcoxyalcoyl ont généralement de 1 à 4 atomes de carbone dans la portion alcoxy et de 1 à environ 10 atomes de carbone dans la portion alcoyl. La portion aryl des groupes aryloxy a souvent de 6 à environ 10 atomes de carbone. Le groupe arylalcoyl a souvent de 6 à environ 10 atomes dans la portion aryl et de 1 à environ 10 atomes de carbone dans la portion

alcoyl. Le groupe acyloxy a généralement de 2 à environ 12 atomes de carbone et de préférence de 2 à environ 7 atomes de carbone. Le groupe cycloalcoyl a habituellement d'environ 6 à environ 8 atomes de carbone. Le groupe (cycloalcoyl)alcoyl a généralement d'environ 6 à environ 8 atomes de carbone dans la portion cycloalcoyl et de 1 à environ 10 atomes de carbone dans la portion alcoyl. Le groupe aroyl a souvent de 7 à environ 11 atomes de carbone. Le groupe alcoylthio et alcoylséléno a généralement de 1 à environ 4 atomes de carbone. Le groupe alcényle a normalement de 2 à 10 atomes de carbone. Le groupe alcanediényl a usuellement d'environ 4 à environ 10 atomes de carbone.

Fréquemment, beaucoup des substituants du groupe aryl de la formule I, et parfois tous, appartiennent chacun indépendamment à une des fonctions suivantes: chloro, bromo, alcoyl substitué et alcoyl non substitué. Il est préférable que ces substituants soient des fonctions chloro, bromo, ou alcoyl non substitué ayant de 1 à environ 4 atomes de carbone.

Dans beaucoup de cas, le groupe aryl est substitué dans les deux positions ortho.

Une sous-classe d'amides particulièrement intéressante dont le substituant a un encombrement stérique important est celle représentée par la formule



où

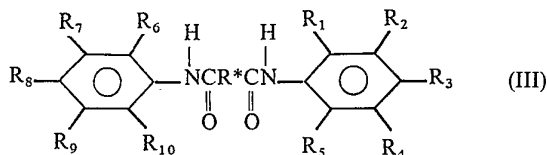
- R est un hydrogène ou un groupe organique monovalent,
- R<sub>1</sub> est un substituant, et
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> et R<sub>5</sub> sont chacun indépendamment des autres soit un hydrogène, soit un substituant.

La définition faite précédemment du groupe organique monovalent R garde toute sa validité ici. De même, la définition faite précédemment des substituants garde sa validité pour R<sub>1</sub>, ainsi que pour R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> et R<sub>5</sub>, qui sont plutôt des substituants que des hydrogènes.

De préférence, R<sub>1</sub> et R<sub>5</sub> de la formule II sont tous deux des substituants, puisque les composés qu'ils constituent présentent un encombrement stérique beaucoup plus important que les composés correspondants où R<sub>5</sub> est un hydrogène.

Mais il est encore mieux que R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>5</sub> de la formule II soient des substituants. Bien que chaque substituant puisse être un quelconque des substituants décrits ci-dessus, R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>5</sub> sont souvent tous des groupes halo. Bien que chaque groupe halo puisse être différent ou identique à l'un quelconque parmi les autres groupes halo, ils sont généralement tous identiques. Souvent, R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub> et R<sub>5</sub> sont tous des groupes chloro, ou ce sont tous des groupes bromo.

Une autre sous-classe d'amides comportant un substituant ayant un encombrement stérique important particulièrement intéressante est représentée par la formule



où

- R\* est un groupe organique divalent,
- R<sub>1</sub> et R<sub>6</sub> sont des substituants, et
- R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub> et R<sub>10</sub> sont chacun indépendamment des autres soit un hydrogène, soit un substituant.

R\* de la formule III peut être un groupe organique divalent quelconque, mais qui ne soit pas de nature à empêcher la formation de N,N-diorganoamide sur au moins une des deux portions N-organoamide de la molécule. De préférence, R\* est un groupe qui n'est pas de nature à empêcher la formation de N,N-diorganoamides sur les deux portions N-organoamide de la molécule. Le groupe organi-

que divalent peut être simple ou très complexe. Comme exemples de groupes organiques divalents utilisables, on peut donner: alcanediyl, alcènediyl, arylènediyl, cycloalcanediylbis(alcènediyl), arylènediylbis(alcanediyl) et cycloalcanediyl. De tels groupes peuvent être substitués ou non substitués. Ils peuvent être inertes aux conditions de réaction ou comporter des fonctions pouvant réagir avec le carbonate organique. Lorsqu'un groupe arylènediyl ou un groupe contenant un élément arylènediyl est utilisé, ce groupe ou élément arylènediyl peut être homocyclique ou hétérocyclique; il peut être monocyclique ou polycyclique.

La définition faite précédemment des substituants garde sa validité pour R<sub>1</sub> et R<sub>6</sub> et pour chacun des substituants R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub> et R<sub>10</sub>, qui sont des substituants plutôt que des hydrogènes.

De préférence, R<sub>1</sub>, R<sub>5</sub> et R<sub>6</sub> de la formule III sont des substituants puisque les composés qu'ils constituent présentent un encombrement stérique beaucoup plus important que les composés correspondants où R<sub>5</sub> est un hydrogène. Pour la même raison, il est encore mieux que R<sub>1</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub> et R<sub>10</sub> soient des substituants.

Le cas le plus favorable est cependant celui où R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>8</sub> et R<sub>10</sub> de la formule III sont des substituants. Bien que chacun des substituants puisse appartenir à un quelconque des types de substituants décrits plus haut, souvent R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>8</sub> et R<sub>10</sub> sont tous des groupes halo. Chaque groupe halo peut être d'un type différent ou identique à celui d'un quelconque parmi les autres groupes halo, mais ils sont habituellement tous identiques. Souvent R<sub>1</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub> et R<sub>10</sub> sont tous des groupes chloro, ou ce sont tous des groupes bromo.

Le carbonate organique d'au moins un alcool primaire utilisé dans la méthode peut varier considérablement. Une classe de produits particulièrement importante est celle représentée par la formule



où R' est un hydrogène, un groupe alcoyl, arylalcoyl, (cycloalcoyl)alcoyl, cycloalcoyl, ou aryl inférieur, et R'' est un alcoyl, arylalcoyl, (cycloalcoyl)alcoyl, cycloalcoyl ou aryl inférieur. Lorsqu'un groupe alcoyl est utilisé, il a habituellement de 1 à environ 20 atomes de carbone, souvent de 1 à environ 10 atomes de carbone. On préfère toutefois les groupes alcoyl à bas poids moléculaire, ayant de 1 à environ 4 atomes de carbone. Les groupes méthyl et éthyl conviennent le mieux. Lorsque le groupe arylalcoyl est utilisé, la portion aryl a généralement de 6 à environ 10 atomes de carbone et la portion alcoyl a habituellement de 1 à environ 4 atomes de carbone; c'est le groupe benzyl qui est préféré. Lorsque le groupe (cycloalcoyl)alcoyl est utilisé, la portion cycloalcoyl a généralement d'environ 6 à environ 8 atomes de carbone, et la portion alcoyl normalement de 1 à environ 4 atomes de carbone; c'est le groupe cyclohexylméthyl qui est préféré. Lorsque le groupe cycloalcoyl est utilisé, il a normalement d'environ 6 à environ 8 atomes de carbone; c'est le groupe cyclohexyl qui est préféré. Lorsqu'un groupe aryl inférieur est utilisé, il a habituellement de 6 à environ 10 atomes de carbone; c'est le groupe phényl qui est préféré. Ces groupes n'ont généralement pas de substituants, toutefois un ou plusieurs substituants peuvent être présents sur un quelconque des groupes, à condition toutefois qu'ils ne rendent pas le carbonate organique inutilisable pour l'usage auquel il est destiné. De même, les groupes ayant un ou plusieurs cycles sont généralement homocycliques, mais un ou plusieurs hétéroatomes peuvent être présents, à condition de ne pas interférer sérieusement avec la réaction de formation de N,N-diorganoamide. Les groupes aliphatiques ou les portions aliphatiques des groupes hybrides comme les groupes arylalcoyl peuvent être droits ou ramifiés, mais il est préférable qu'ils soient droits. On peut utiliser un seul carbonate organique ou plusieurs carbonates organiques si cela est souhaité. Il est préférable que R' soit un hydrogène ou un méthyl.

Une sous-classe importante dans les carbonates organiques qui peuvent être utilisés dans la méthode sont des dialcoylcarbonates

dans lesquels au moins un groupe alcoyl du dialcoylcarbonate est un groupe méthyl non substitué ou un groupe alcoyl ayant au moins deux atomes de carbone dont le premier est lié à deux atomes d'hydrogène.

Les groupes alcoyl du dialcoylcarbonate de cette sous-classe peuvent être identiques ou différents, mais on préfère qu'ils soient identiques. Normalement, chaque groupe alcoyl a de 1 à environ 20 atomes de carbone, souvent de 1 à environ 10 atomes de carbone. Ce sont les groupes alcoyl inférieur ayant de 1 à 4 atomes de carbone que l'on préfère. Les groupes méthyl et éthyl sont tout particulièrement indiqués. Les groupes alcoyl des dialcoylcarbonates sont habituellement non substitués, bien que l'un d'eux, ou les deux, puissent comporter des substituants mineurs à condition qu'ils restent conformes à la description faite dans le paragraphe précédent et que les substituants ne soient pas de nature à rendre le carbonate organique impropre à l'usage auquel il est destiné. On peut utiliser un seul dialcoylcarbonate ou un mélange de dialcoylcarbonates lorsque cela est souhaité.

Comme exemples de carbonates organiques utilisables on peut donner: le diméthylcarbonate, l'éthylméthylcarbonate, le diéthylcarbonate, le propylméthylcarbonate, l'isopropylméthylcarbonate, l'isopropyléthylcarbonate, le butylméthylcarbonate, le sec-butylméthylcarbonate, l'isobutylméthylcarbonate, le tert-butylméthylcarbonate, le cyclohexylméthylcarbonate, le benzylméthylcarbonate et le phénylméthylcarbonate. Les carbonates que l'on utilise de préférence sont le diméthylcarbonate et le diéthylcarbonate; le diméthylcarbonate est particulièrement bien adapté.

La réaction du N-organoamide ayant un substituant aromatique à encombrement stérique important avec un carbonate organique est généralement faite en phase liquide. Elle peut se faire d'une manière discontinue, semi-continue ou continue. Lorsque le carbonate organique est liquide aux conditions où s'effectue la réaction, il se comporte souvent comme un solvant vis-à-vis du N-organoamide. Normalement mais pas nécessairement, on utilise un excès de carbonate organique: cela permet habituellement de maintenir le N-organoamide dissous pendant la durée de la réaction. Dans beaucoup de cas, un ou plusieurs sous-produits de la réaction — en particulier les alcools — ont tendance à dissoudre le N-organoamide. Bien qu'un solvant externe ne soit pas en règle générale utilisé, l'utilisation d'un tel solvant est possible lorsque cela est souhaité ou nécessaire pour maintenir un ou plusieurs réactifs en solution pendant la réaction. Comme exemples de solvants externes utilisables avantageusement on peut donner: méthanol, éthanol, acétonitrile, benzène, toluène, dioxane, diméthylformamide et des solvants chlorés comme le chloroforme, le dichlorométhane, le dichloroéthane, le tétrachlorure de carbone et le chlorobenzène. On peut utiliser soit un seul solvant externe, soit un mélange de solvants externes. Dans beaucoup de cas, il n'est pas nécessaire d'utiliser un solvant externe, la réaction pouvant se faire sans dilution.

Lorsque l'on utilise un solvant externe, on peut faire varier considérablement le rapport du poids du solvant au poids de N-organoamide initialement présent. Généralement, la quantité de solvant doit être suffisante pour dissoudre les réactifs à la température de réaction. Le rapport du poids de solvant externe (lorsqu'il est utilisé) au poids de N-organoamide initialement présent est habituellement situé dans la gamme allant d'environ 0,01:1 à environ 20:1. Les rapports préférés sont situés dans la gamme allant d'environ 0,1:1 à environ 5:1.

La température à laquelle s'effectue la réaction peut varier considérablement, mais elle est habituellement située dans la gamme allant d'environ 120° C à environ 250° C. Les températures préférées sont situées dans la gamme allant d'environ 150° C à environ 220° C.

La pression à laquelle s'effectue la réaction peut aussi varier considérablement. La réaction s'effectue généralement à la pression atmosphérique ou à une pression supérieure à la pression atmosphérique, bien que des pressions inférieures puissent être quelquefois utilisées. Généralement, la pression est située dans la gamme allant d'environ zéro à environ 5000 kilopascals (mesure manométrique),

mais des pressions plus élevées peuvent être utilisées. De préférence, la pression se situe dans la gamme allant d'environ zéro à environ 1500 kilopascals (mesure manométrique).

La réaction peut s'effectuer en présence de catalyseurs, bien que dans beaucoup de cas ils ne soient pas nécessaires. Parmi les catalyseurs typiques de la réaction, on peut citer des catalyseurs hétérocycliques renfermant de l'azote, comme par exemple la pyridine, la (diméthylamino)-4-pyridine, l'imidazole, la lutidine-2,6 et la collidine-2,4,6. On peut utiliser un seul catalyseur ou un mélange de catalyseurs lorsque cela est utile. Le catalyseur préféré est la (diméthylamino)-4-pyridine.

Le rapport molaire de catalyseur — lorsqu'il est utilisé — au N-organoamide ayant un substituant à fort encombrement stérique initial peut varier considérablement, mais il est généralement situé dans la gamme allant d'environ 0,005:1 à environ 0,5:1. Il vaut mieux que le rapport molaire soit situé dans la gamme allant d'environ 0,01:1 à environ 0,2:1.

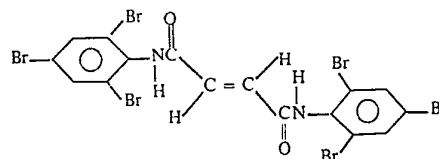
Une fois la préparation de N,N-diorganoamide terminée, celui-ci peut être séparé du milieu de réaction par une des nombreuses techniques connues de l'homme de l'art. La cristallisation est une de ces techniques qui est souvent employée.

La présente invention est particulièrement utile pour l'alcoylation de N-organoamides ayant un substituant à fort encombrement stérique pour préparer les N-alcoyl-N-organoamides correspondants. Dans ces cas, au moins l'un des deux groupes R'CH<sub>2</sub> — et R'' de la formule IV ci-dessus est un groupe alcoyl.

L'invention est en outre décrite ci-dessous au moyen d'un exemple qui en est une illustration et qui ne limite en aucune manière son champ d'application.

#### Exemple

50,7 g de N,N'-bis(tribromophényl-2,4,6)-trans-butènediamide représenté par la formule



et 160 g de diméthylcarbonate étaient introduits dans un réacteur de 1 litre muni d'un agitateur, d'un système de régulation de température et d'une calotte chauffante. Le réacteur était fermé hermétiquement et chauffé. Les températures et les pressions à partir du moment où le chauffage a été mis en route sont donnés dans le tableau I.

Tableau I

Temps (heures: minutes)	Température (°C)	Pression (kilopascals, mesure manométrique)	Remarques
0:00	Ambiante	0	Mise en route du chauffage
0:35	190	1379	
1:50	190	2137	
3:08	190	2206	
4:35	190	2275	Arrêt du chauffage
21:25	Ambiante	276	

On a vérifié que le gaz du réacteur contenait bien du gaz carbonique. La pression était alors relâchée et le contenu du réacteur versé dans un flacon. Le poids du liquide dans le flacon était 188,3 g. L'analyse par chromatographie en phase liquide a montré que 93% (détermination faite à partir de la surface des pics) du produit de réaction étaient du N,N'-diméthyl-N,N'-bis(tribromophényl-2,4,6)-trans-butènediamide. Aucun N,N'-bis(tribromophényl-2,4,6)-trans-butènediamide n'a été détecté.