

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 1004265-2 A2**

(22) Data de Depósito: 24/06/2010
(43) Data da Publicação: 20/03/2012
(RPI 2150)



(51) *Int.Cl.:*
C07C 209/74
C07C 211/52

(54) Título: PROCESSO PARA A SÍNTESE DE COMPOSTOS DE PERALO-ALQUIL-ANILINA POLIHALOGENADA

(30) Prioridade Unionista: 12/11/2009 IN 2610/MUM/2009

(73) Titular(es): Keki Hormusji Gharda

(72) Inventor(es): Keki Hormusji Gharda

(57) Resumo: PROCESSO PARA A SÍNTESE DE COMPOSTOS DE PERALO-ALQUIL-ANILINA POLIHALOGENADA. A invenção se refere a um processo para a preparação de compostos perfluoroalquilanilinas polihalogenadas principalmente úteis como intermediários de reação para preparação de agroquímicos. O produto do método inventivo é obtido pela ação da monometilamina anidro em 3,4 diclorobenzotrifluoride a uma temperatura de 140 a 200°C. O intermediário obtido é halogenado com agentes halogenantes como o cloro, cloreto de sulfúrio e PCL₅. A anilina desativada é então dealquilada com quantidade catalítica de sal piridina e gás HCl seco a 190 a 180°C ou com ácido bromídrico anidro para obter 2,6-dicloro-4-trifluorometolanilina.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção

**“PROCESSO PARA A SÍNTESE DE COMPOSTOS DE
PERALO-ALQUIL-ANILINA POLIHALOGENADA”**

Campo da Invenção

5 A presente invenção refere-se a um processo para a síntese de compostos peraloalquilanilina polihalogenada, particularmente úteis como intermediários para a síntese de agroquímicos.

Particularmente, a invenção apresenta um processo para a fabricação de 2,6-dicloro-4-trifluormetil anilina.

10 **Antecedentes da Invenção**

Derivados de trifluorometilanilina e, mais particularmente os derivados de anilina 4-trifluormetil são valiosos intermediários utilizados na síntese de agroquímicos.

15 Halogenação e principalmente cloração de benzotrifluoreto precisam ser muito seletivos, para obter o desejado dos derivados do polialogenado como clorobenzotrifluoreto ou 3,4-diclorobenzotrifluoreto. Não é apenas difícil, mas também demorado.

20 As sínteses dos derivados de anilina são geralmente realizadas por hidrogenação de compostos nitro aromáticos. Esta técnica tem algumas limitações que restringem sua utilidade. Por exemplo, a hidrogenação não é adequada na presença de outros substituintes no anel de benzeno, que são sensíveis a hidrogenólise, levando a reações colaterais e seus
25 derivados. Além disso, p-nitrobenzotrifluoretos é muito difícil de

preparar desde nitração dos rendimentos benzotrifluoreto e quantidades significativas de isômera meta.

J.Org.Chem.44,4731(1970) revela a preparação de p-amino bezotrifluoreto por aminólise de 4
5 clorobenzotrifluoreto na presença de cloreto de cobre (I) e fluoreto de potássio. No entanto, as condições de reação são drásticas, as conversões são baixas e os rendimentos são muito menores para um processo industrial.

Na Patente dos EUA Nº 3.484.487 concedida a
10 James S. Dix revela o uso de cloreto de cobre e solventes orgânicos polares, tais como N-metilpirrolidona, dimetilacetamida e hexametilfosforamida para a aminação de haletos de arila. Estes solventes não são adequados para a aminação de p-clorobenzotrifluoreto desde a transaminação que ocorre de forma
15 significativa para formar N,N'-dimetilaminobenzotrifluoreto indesejado.

Tetrahedron Letras, 1975,143 (T. Cohen e J.G. Tirpak) descreve acoplamento de Ullman e aminólise de ativados haletos de arila catalisados por compostos de cobre. No entanto
20 nenhum metal alcalino ou haleto de amônio é usado para aminólise. Aminólises de iodetos e brometos de arila são descritos que são conhecidos por aminado mais facilmente do que os cloretos de arila.

As Patentes dos EUA nº 2.194.925 e 2.194.926
25 revelam a reação de nitro-halo benzotrifluoreto com amônia

gasosa em um meio solvente e na presença de um sal de cobre para a produção de nitro-amino-benzotrifluoretos.

p-Aminobenzotrifluoreto também é realizado pela reação de isocianato triclorometilfenil primeiro com ácido fluorídrico anidro e, em seguida, com água até obter cloridrato de trifluorometilanilina de que a anilina livre é liberada por uma base.

Derivados de trifluorometilanilina polialogenada também são realizadas por aminólise de benzotrifluoreto polialogenado na presença de haletos alcalinos em uma temperatura entre 150°C a 350° C. WO 2000/35851 revela a síntese de anilina 2,6-dicloro-4-trifluometil, a partir de 3,4,5 triclorobenzotrifluoreto na presença de fluoretos alcalinos como fluoreto de lítio e amônia anidra sob pressão em N-metilpirrolidona a 250°C para oferecer 97% de conversão e 87% de seletividade. A principal desvantagem do processo é a síntese de 3,4,5-triclorobenzotrifluoreto em alto rendimento e pureza. Cloração de p-clorobenzotrifluoreto oferece mistura de 3,4,5-triclorobenzotrifluoreto em 72% de conversões CLG, 3,4 diclorobenzotrifluoreto e benzotrifluoreto tetracoloro. O processo para obter puro 3,4,5-triclorobenzotrifluoreto a partir desta mistura de fracionamento seguido de cristalização é muito tedioso e industrialmente inviável. Além disso, apesar de utilizar intermediários muito puros, a quantidade substancial de um isômero indesejado (3-amino-4,5 diclorobenzotrifluoreto) é obtida.

Outra abordagem para gerar 3,4,5-triclorobenzotrifluoreto com elevado grau de pureza é a realização de dinitração de p-clorobenzotrifluoreto com ácidos mistos contendo óleo, que é muito seletivo e, em seguida, submeter 3,5-dinitro-4 clorobenzotrifluoreto para denitroclorinação em 200-220°C na presença de um catalisador. Mesmo que o processo produz 3,4,5-triclorobenzotrifluoreto em alto rendimento e elevado grau de pureza, o processo tem vários inconvenientes, que gera grande quantidade de ácido gasto como um desperdício. Também as reações de dinitração são muito exotérmicas na natureza e, portanto, perigosas do ponto de vista industrial. E ainda a denitroclorinação é realizada a uma temperatura superior a 200°C e cloreto de nitrosilo é obtido como um subproduto.

A Patente dos EUA nº 5.401.882 divulga síntese de anilina desativada pela reação de 3,4-dicloroetano-benzotrifluoreto com dimetilformamida, na presença de um hidróxido de metal alcalino, a uma temperatura variando entre 150 e 250°C. A reação de 3,4-diclorobenzotrifluoreto com dimetil formamida na presença de um hidróxido de metal alcalino em 180-210°C obteve 4-trifluormetil-2-cloro-N,N'-dimetilanilina na conversão de 93% com 93% de seletividade. Este é reagido com cloreto de sulfurilo sob luz UV para produzir uma mistura de isômero de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N,N'-dimetil anilina e 2,3-dicloro-5-trifluormetil-N,N'-dimetil-anilina. A mistura de isômero é tratada com um excesso de 50% de álcali aquosa para produção

de 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina. A patente também revela a dealquilação da mistura de isômero pela passagem de cloro acima de 10°C e iluminação por meio de uma luz UV para dar 92% de conversão e rendimento de 64% de 2,6-dicloro-4
5 trifluorometilanilina. A dealquilação também é realizada pela iluminação com luz ultravioleta em tetracloreto de carbono e, em seguida, tratamento com 50% de hidróxido de sódio na água. A patente também revela a dealquilação de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N, N'-dimetilanilina com o aquecimento do conteúdo com 4-6 m/m de cloridrato de piridina a 180-190°C, com 76m%
10 de rendimento de 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina. Uma solução de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N,N'-dimetilanilina quando tratados com 47% de ácido bromídrico aquosa como agente dealquilação obteve a conversão de 89% e rendimento de 55% de
15 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina conforme divulgado.

Há, portanto, uma necessidade de preparação de compostos de anilina peralcoalquil policlorados, tipicamente 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina facilmente disponíveis a partir de matérias-primas de uma forma simples e
20 econômica a nível industrial, com alto rendimento e pureza.

Objetivos da Invenção

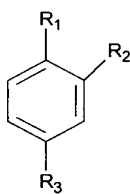
É um objetivo da presente invenção desenvolver um processo para a fabricação de 2,6-dihalo-4-
25 trifluorometilanilina utilizando matérias-primas disponíveis comercialmente.

Ainda, em outro objetivo da presente invenção é desenvolver um processo para a fabricação de 2,6-dihalo-4-trifluorometilanilina com alto rendimento e pureza.

Resumo da Invenção

5 De acordo com a presente invenção é apresentado um processo para a preparação de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada que consistem das seguintes etapas:

a) reação, em um solvente polar, um composto
10 de fórmula (I)



fórmula (I)

em que:

R_1 e R_2 contêm elementos do grupo de
15 halogênio, respectivamente; e

R_3 é um peraloalquil,

com uma alquilamina, a uma temperatura de cerca de 140°C para cerca de 240°C e uma pressão de cerca de 10 a cerca de 30 kg/cm² para formar peraloalquil-N-alquilanilina
20 substituído;

b) reagir o peraloalquil-N-alquilanilina substituída da etapa a) com um agente halogenante para formar peraloalquil-N-alquilanilina polialogenada; e

c) dealquilação de peraloalquil-N-alquilanilina polialogenada para formar peraloalquilanilina polialogenada.

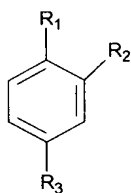
Descrição Detalhada da Invenção

De acordo com a presente invenção, compostos
5 de peraloalquilanilina polihalogenada são preparados por

a) reação de um solvente polar, um composto da fórmula (I) com alquilamina, a uma temperatura de cerca de 140°C a 240°C e uma pressão de cerca de 10 a cerca de 30 kg/cm² para formar um
10 peraloalquil-N-alquilanilina substituído e

b) reação do peraloalquil-N-alquilanilina substituído com um agente halogenante para formar peraloalquil-N-alquilanilina polihalogenado seguido por

c) dealquilação de peraloalquil-N-alquilanilina polihalogenada para formar peraloalquilanilina polihalogenada.
15



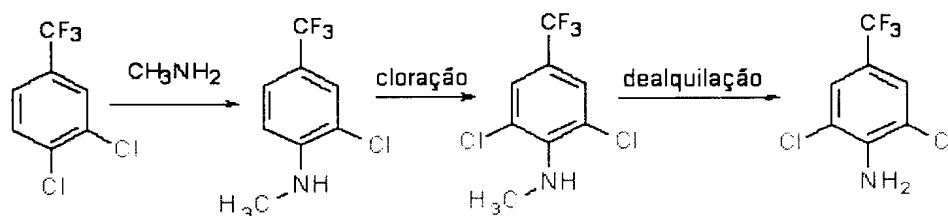
Fórmula (I)

em que: R₁ e R₂ contêm elementos do grupo de halogênio, respectivamente; e R₃ é um peraloalquil,

20 Em uma modalidade preferida da presente invenção R₁ e R₂ são cloro e R₃ é trifluorometil. O composto de fórmula I é tipicamente 3,4 diclorobenzotrifluoreto.

De acordo com uma modalidade preferida da presente invenção peralquilanilina polihalogenada é anilina 2,6-dicloro-4-trifluormetil.

Um processo para a preparação de compostos de 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina de 3,4-Dicloro benzotrifluoreto é representado na reação do esquema abaixo.



2,6-Dicloro-4-trifluormetilanilina

3,4-diclorobenzotrifluoreto é aminado com monometilamina na presença de um solvente a uma temperatura elevada para obter 2-cloro-4-trifluormetil-N metilanilina, que é mais clorada para produzir 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N metilanilina. A resultante de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N metilanilina é dealquilado para obter o composto desejado 2,6-dicloro-4-trifluormetil anilina.

Em uma modalidade preferida da presente invenção, 3,4 diclorobenzotrifluoreto é produzido em alta pureza e rendimento por cloração de p-clorobenzotrifluoreto comercialmente disponível na presença de um catalisador ácido de Lewis. Aminação de 3,4-diclorobenzotrifluoreto com monometilamina na presença de um solvente em temperatura elevada obtém 2-cloro-4-trifluormetil-N metilanilina. Uso de monoalquilamina anidro, de preferência monometilamina é

preferida como agente aminado tanto do ponto de vista da reatividade, bem como para reduzir a carga de dealquilação. Monoalquilamina é utilizada em mais de 4 m/m a 6m/m em 3,4 diclorobenzotrifluoreto. A reação é conduzida em temperatura variando entre 140 a 240°C, mais preferivelmente entre 140 a 180°C. A reação é conduzida sob pressão de 10 a 30 kg/cm², de preferência mais de 15 a 25 kg/cm².

Em uma modalidade preferida da presente invenção, o solvente utilizado no processo atual pode ser de qualquer solvente ou uma mistura de solventes, que não se decompõem sob a condição da reação e é inerte em relação aos reagentes. De preferência, o solvente utilizado é um solvente polar. O solvente polar é selecionado a partir de um grupo composto de N-metilpirrolidona, difenil sulfona, N,N-dimetilimidazolidinona e dimetilsulfona. N-metilpirrolidona (NMP) é um solvente de escolha, uma vez que não interage com os reagentes.

Na modalidade preferida da presente invenção, a halogenação de peralquil-N-alquilanilina substituído é realizado através de agentes halogenantes como o cloro, cloreto de sulfurilo, cloreto de tionila e pentacloreto de fósforo (PCL₅), a uma temperatura que varia entre 0°C a 100°C, de preferência a 0°C a 70°C. Entre os vários halogênios, o halogênio preferido é o cloro a menos que um halogênio específico é desejado. A quantidade de agente halogenante utilizada está limitada a 10 a 50% de excesso em relação à quantidade estequiométrica, de

preferência cerca de 10 a 20% do excesso estequiométrico. De preferência, a halogenação ocorre em solventes hidrocarbonetos clorados com ponto de ebulição abaixo de 100°C ou sob pressão reduzida para conduzir a reação. Os solventes preferenciais
5 utilizados para halogenações são diclorometano, dicloroetano, tricloroetileno, clorobenzeno, o-diclorobenzeno e tetracloreto de carbono.

Em um aspecto da presente invenção a dealquilação de peraloalquil-N-alquilanilina polialogenado é
10 realizada com ácido clorídrico seco na presença de quantidade catalítica de sal piridina, mais preferivelmente, sal de cloridrato de piridina. A quantidade de catalítica de sal de cloridrato de piridina é utilizada entre 0,1 a 0,5 m/m. De preferência, 2-10 moles, mais preferivelmente 2-5 m/m de gás ácido clorídrico seco
15 é passado por um período de tempo para conduzir a dealquilação à conclusão.

De acordo com outro aspecto da presente invenção, o dealquilação de peraloalquil-N-alquilanilina polialogenado é realizada utilizando 30 a 50% de ácido
20 bromídrico anidro em ácido acético. A quantidade de ácido bromídrico utilizado na reação está na faixa de 1,5 a 2,5 m/m do grupo alquila presente, mais preferivelmente 1,7 a 2 m/m. A reação é realizada a uma temperatura de 50 a 150°C, mais preferivelmente de 80 a 100°C.

25 A pureza do produto é determinada por cromatografia gasosa.

A invenção é ilustrada com relação aos exemplos a seguir, que não limitam o âmbito de aplicação da invenção de qualquer maneira.

Nos exemplos m/m significa uma grama-mol de
5 produto obtido a partir de 1 mol de grama de entrada de substrato.

Exemplo-1

860 g de 3,4-dicloroetano-benzotrifluoreto foi misturado com 2000 ml de N-metil-pirrolidona (umidade <0,1%) em um reator de pressão, 620 g (5 m/m) de amina monometil
10 anidro foi então alimentado ao reator de uma panela de pressão à temperatura ambiente. A mistura foi aquecida a 160°C de temperatura líquida por um período de 2 horas para atingir uma pressão de reator de 23-24 kg/cm² a 160°C e posteriormente mantidas a esta temperatura durante 7 horas. A mistura de reação
15 foi então resfriada a 80-90°C e agitada por 1 hora. Excesso de metilamina foi lentamente expelido para fora e limpa em água fria. A cromatografia em fase gasosa de reação da massa da amostra apresentaram conversão de 99% de 3,4-dicloroetano benzotrifluoreto e proporção de CLG de 2-cloro-4-trifluormetil-
20 N-metil-anilina para 2-cloro-5-trifluormetil-N-metil-anilina foi de 91,9%. Após o tratamento do meio de reação, 2-cloro-4-trifluormetil-N-metil-anilina foi obtido em rendimento de 90% por fracionamento sob pressão reduzida.

Exemplo-2

25 430 g de 3,4-dicloroetano benzotrifluoreto (CG 99,9%) foi adicionado a 800 ml de N-metilpirrolidona em um

reator de pressão, 248g (4m/m) de monometil amina anidro foi alimentado ao reator de uma panela de pressão à temperatura ambiente. A mistura de reação foi aquecida a 140°C para atingir a pressão do reator de 16 kg/cm² e ainda mantida a esta temperatura durante 10 horas. Após o tratamento do meio de reação, cromatografia gasosa da mistura da reação mostraram a conversão de 94% de 3,4-dicloro-benzotrifluoreto e proporção de isômero de 2-cloro-4-trifluormetil-N-metil anilina: 2-cloro-5-trifluormetil-N-metil-anilina como 94:6. Após o tratamento da média da reação, 2-cloro-4-trifluormetil-N-metil-anilina foi obtido com uma pureza de mais de 98% e com rendimento de 90%.

Exemplo-3

1389g (GC pureza 98,3%) 2-cloro-4-trifluormetil-N-metilanilina foi misturado com 1000 ml de clorobenzeno e aquecido a 55-60°C. 924 g (1,05 m/m) de cloreto de sulfurilo foi adicionado lentamente, e a reação foi mantida a esta temperatura até que cromatografia em fase gasosa da mistura de reação mostrou extinção de 2-cloro-4-trifluormetil-N-metil anilina. A mistura de reação foi trabalhada acima, clorobenzeno foi recuperado pela destilação de vácuo para obter 1629g de mistura concentrada com composição CLG mostrando 10,16% clorobenzeno, 73,47% de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N-metilanilina e 15,47% de 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina, o rendimento combinado foi de 91,5m%.

Exemplo-4

290g de uma mistura contendo 74,4% de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N-metilanilina (0,884 mol), 11,3% de 2,6-

dicloro-4-trifluorometilanilina (0,143 mol) foi misturado com piridina 8,15 g (0,103 m). A piridina foi convertida para cloridrato de piridina passando HCl seca na mistura de reação em 30-50°C de temperatura do líquido. A mistura de reação foi ainda aquecida
5 até 180-185°C e gás HCl seco foi passado sob a superfície da mistura na proporção de 0,38 m/hora, em um período de oito horas mantendo a temperatura da mistura de reação a 180 e 185°C. O processo da reação foi monitorado por CLG. A mistura de reação foi trabalhada por tratamento alcalino e extração com
10 clorobenzeno. Após a destilação de 184,3 g (78%) do 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina foi obtido.

Exemplo-5

362 g de uma mistura contendo 73,47% de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N-metilanilina (1,09 mol), 15,47% de 2,6-
15 dicloro-4-trifluorometilanilina (0,243 mol) e 10,1% clorobenzeno foi tirado em um reator copo e 720 g de ácido bromídrico anidro (como solução 33% em ácido acético) foi adicionado à mistura de reação a uma temperatura ambiente. A mistura de reação foi aquecida gradualmente até 90 a 95°C de temperatura líquida e
20 outras mantidas a esta temperatura por 9 horas até cessar a evolução de gás. O progresso da reação foi monitorado por cromatografia gasosa. O ácido acético e excesso de HBr foram destilados sob pressão reduzida. Após o tratamento do meio de reação, 286,82 g de corte destilado foi obtido com composição
25 GLC apresentando 91,05% de 2,6-dicloro-4 trifluorometilanilina, 1,97% de 2,6-dicloro-4-trifluormetil-N-metilanilina com

componentes de 6,1% com altos sinais de retenção. A camada orgânica sobre o tratamento com álcali e destilação obteve 2,6-dicloro-4-trifluorometilanilina em 85% de rendimento.

Exemplo 6

5 161,3 g de 3,4 diclorobenzotrifluoreto (99,8%,
0,75 mol) é carregado junto com 375ml de N, N-
dimetilimidazolidona em um reator de aço inoxidável. 139.5 g
(4.5 m) de N-metilamina foi passada de uma panela de pressão e a
mistura resultante foi aquecida a 160°C / 23 kg/cm^2 . A mistura foi
10 posteriormente mantida a 160°C por mais 6 horas. Após o
tratamento da mistura de reação, CLG da mistura de reação
apresentou 99,5% de conversão de 3,4 diclorobenzotrifluoreto
com proporção de isômero de 2-cloro-4-trifluorometil-N-
metilanilina :2-cloro-5-trifluorometil-N-metilanilina **como 91:9%**.
15 Após a recuperação de solvente 2-cloro-4-trifluorometil-N-
metilanilina é obtida em 86,5% de rendimento.

Exemplo 7

860 g de 3,4-diclorobenzotrifluoreto (99,8%, 4
mol) foi carregado juntamente com 2000 ml de N-
20 metilpirrolidona em um reator de aço inoxidável. 620 g (20 m) de
N-metilamina foi passado de uma panela de pressão e a mistura
resultante foi aquecida a 160°C e pressão de $23,5\text{ kg/cm}^2$. A
mistura foi posteriormente mantida a 160°C por 7 horas, a pressão
caiu para $16,5\text{ kg/cm}^2$ no fim das 7 horas. Após o tratamento da
25 mistura de reação, CLG da mistura de reação apresentou 100 %
de conversão de 3,4 diclorobenzotrifluoreto com proporção de

isômero de 2-cloro-4-trifluorometil-N-metilanilina:2-cloro-5-trifluorometil-N-metilanilina **como 93:7%**. Após a recuperação de solvente 2-cloro-4-trifluorometil-N-metilanilina foi obtida em 89% de rendimento.

5 **Exemplo 8**

1075g de 3,4-diclorobenzotrifluorido (99,8%, 5 mol) foi carregado juntamente com 2000 ml de N-metilpirrolidona em um reator de aço inoxidável. 465g (15 m) de N-metilamina foi passado de uma panela de pressão e a mistura
10 resultante foi aquecida a 160°C e pressão de 18 kg/cm². A mistura foi posteriormente mantida a 160°C por mais 6 horas. Após o tratamento da mistura de reação, CLG da mistura de reação apresentou 100% de conversão de 3,4-diclorobenzotrifluorido com proporção de isômero de 2-cloro-4-trifluorometil-N-
15 metilanilina:2-cloro-5-trifluorometil-N-metilanilina **como 91:9 %**. Após a recuperação de solvente 2-cloro-4-trifluorometil-N-metilanilina foi obtida em 87% de rendimento.

Exemplo 9

106g (0,50 m, 99%), de 2-cloro-4-trifluorometil-
20 N-metilanilina foi adicionado a 250 ml dicloroetano em um reator agitado mecanicamente e 71g (0,52m), cloreto de sulfúrio foi adicionado a 55-60°C durante 1 hr e a mistura resultante foi agitada a 55-60°C durante 4 horas e, em seguida, a 70-75°C por 2 horas até a cromatografia em fase gasosa da amostra da mistura
25 de reação mostrou superior a 99% de conversão CG. A mistura de reação foi trabalhada por adição de água e tratamento com álcali.

A camada orgânica após a secagem foi concentrada sob pressão reduzida para remover EDC para obter 117 g de concentrado contendo 98,6% de 2,6-dicloro-4-triflurometil-N-metilanilina. Rendimento foi de 94,3%.

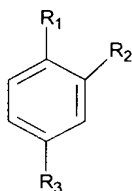
5 Os valores numéricos de diversos parâmetros indicados na especificação são, mas aproximações e valores ligeiramente superiores ou ligeiramente menores destes parâmetros são abrangidos pelo âmbito e as possibilidades da invenção.

10 Embora a ênfase considerável foi colocada aqui sobre as etapas específicas do processo preferido, isso será altamente apreciado em que muitas etapas podem ser feitas e que muitas mudanças podem ser realizadas nas etapas preferenciais, sem afastar os princípios da invenção. Estas e outras alterações
15 nas etapas preferidas da invenção serão evidentes para aqueles versados na técnica das divulgações aqui, pelo que deve ser claramente entendido que o assunto exposto descritivo deve ser interpretado apenas como ilustrativo da invenção e não como uma limitação.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada caracterizado pelo fato de compreender as etapas:

- 5 a) reação em um solvente polar, um composto de fórmula (I)



Fórmula I

em que:

- 10 R₁ e R₂ contêm elementos do grupo de halogênio, respectivamente; e

R₃ é um peraloalquil,

- com alquilamina, a uma temperatura de cerca de 140°C para cerca de 240°C e uma pressão de cerca de 10 a
15 cerca de 30 kg/cm² para formar peraloalquil-N-alquilanilina substituído;

b) reação do peraloalquil-N-alquilanilina substituído com um agente halogenante para formar peraloalquil-N-alquilanilina polihalogenado; e

- 20 c) dealquilação de peraloalquil-N-alquilanilina polihalogenada para formar peraloalquilanilina polihalogenada.

2. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que R_1 e R_2 são cloro.

3. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que R_3 é trifluorometil.

4. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a reação da etapa (a) é realizada em uma temperatura em cerca de 140°C a cerca de 180°C .

5. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a reação da etapa (a) é conduzida em uma pressão na faixa de cerca de 15 a cerca de 25 kg/cm^2 .

6. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que alquilamina é monometil amina.

7. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o solvente polar é selecionado a partir de um grupo composto de N-metilpirrolidona, difenilsulfona, N,N-dimetilimidazolidinona e dimetilsulfona.

8. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o solvente polar é N-metilpirrolidona.

5 9. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente halogenante é ao menos selecionado a partir de um grupo que consiste de cloro, cloreto de sulfúrio, cloreto de tionila e pentacloreto de fósforo (PCl_5).

10 10. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a etapa (c) a dealquilação do p-trifluormetil-N-metilanilina polihalogenada é realizada na presença de ácidos minerais.

15 11. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o ácido mineral é selecionado de um grupo que consiste de ácido hidrocloreídrico e ácido hidrobromico.

20 12. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o ácido mineral é o ácido hidrobromico anidro.

25 13. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a dealquilação do p-

trifluormetil-N-metilanilina polihalogenada é realizada utilizando 30 a 50% de ácido bromídrico anidro em ácido acético.

14. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 5 11, caracterizado pelo fato de que o ácido mineral é gás de ácido clorídrico seco.

15. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a 10 dealquilação com o gás de ácido clorídrico seca é realizado na presença de quantidade catalítica de sal de piridina.

16 Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato de que o sal de piridina ser selecionado 15 de um grupo que consiste de cloridrato de piridina e bromidrato de piridina.

17. Processo para a síntese de compostos de peraloalquilanilina polihalogenada, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a 20 peraloalquilanilina polihalogenada ser 2,6-dicloro-4-trifluormetil anilina.

RESUMO

Patente de Invenção para “PROCESSO PARA A SÍNTESE DE COMPOSTOS DE PERALO-ALQUIL- ANILINA POLIHALOGENADA”

5 A invenção se refere a um processo para a
preparação de compostos perfluoroalquilanilinas polihalogenadas
principalmente úteis como intermediários de reação para
preparação de agroquímicos. O produto do método inventivo é
obtido pela ação da monometilamina anidro em 3,4
10 diclorobenzotrifluoride a uma temperatura de 140 a 200°C. O
intermediário obtido é halogenado com agentes halogenantes
como o cloro, cloreto de sulfurilo e PCL_5 . A anilina desativada é
então dealquilada com quantidade catalítica de sal piridina e gás
HCl seco a 190 a 180°C ou com ácido bromídrico anidro para
15 obter 2,6-dicloro-4-trifluorometolanilina.