



(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 2 15 535 A5

Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

		Int. Cl. ³
(11) 215 535	(44) 14.11.84	3(51) C 07 C 79/32 C 07 C 79/28 C 07 C 79/35
(21) AP C 07 C / 259 849 5	(22) 03.02.84	
(31) 362/83	(32) 03.02.83	(33) HU

(71) siehe (73)

(72) Eifert, Gyula, Dipl.-Ing.; Bihari, Ferenc, Dr. Dipl.-Landw.; Magyar, István, Dr. Dipl.-Landw.; Mészáros, Jenő, Dipl.-Ing.; Inczédy, Péter, Dr. Dipl.-Landw.; Timár, Judit, Dipl.-Ing.; Czövek, Rudolf, Dipl.-Landw.; Bohus, Péter, Dr. Dipl.-Ing.; Klumpp, Egon, Dr. Dipl.-Ing.; Schützler, Erzsébet, Dipl.-Ing.; HU

(73) Budapesti Vegyiművek, Budapest IX, Kén u. 5, HU

(54) Verfahren zur Herstellung von neuen Dinitrophenolen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung neuer Dinitrophenole der allgemeinen Formel (I), worin X für Wasserstoff, ein Alkalimetall oder ein Erdalkalimetall, für eine Alkyl- oder eine Alkenyl-carbonylgruppe mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, für eine gegebenenfalls durch Halogen substituierte Phenylcarbonylgruppe oder eine Gruppe der allgemeinen Formel $\text{HNR}_1\text{R}_2\text{R}_3$ steht, in der R_1 , R_2 und R_3 unabhängig voneinander Wasserstoff, eine Alkyl-, eine Alkoxyalkyl-, eine Alkenyl-, eine Hydroxyalkyl-, eine Cycloalkyl- oder eine gegebenenfalls substituierte Phenylgruppe bedeuten. Die neuen Verbindungen werden durch mit Alkali- oder Erdalkalihydroxyd in einem wäßrigen Medium ohne Katalysator erfolgende Umsetzung von 2-Chlor-3,5-dinitrobenzotrifluorid erhalten und weisen eine biologische Wirksamkeit auf. Formel I

17 Seiten

ISSN 0433-6461



AtEP 854

(1985) 02 141/12.80 2

15 897 55

Verfahren zur Herstellung von neuen Dinitrophenolen

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung neuer Dinitrophenole. Die neuen Verbindungen entsprechen der allgemeinen Formel (I), worin

X für Wasserstoff, ein Alkalimetall oder ein Erdalkalimetall, für eine Alkyl- oder Alkenylcarbonylgruppe mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, für eine gegebenenfalls durch Halogen substituierte Phenylcarbonylgruppe oder eine Gruppe der allgemeinen Formel



in der R_1 , R_2 und R_3 unabhängig voneinander Wasserstoff, eine Alkyl-, eine Alkoxyalkyl-, eine Alkenyl-, eine Hydroxyalkyl-, eine Cycloalkyl- oder gegebenenfalls eine substituierte Phenylgruppe bedeuten.

Die neuen Verbindungen weisen eine herbizide Wirksamkeit auf.

30.11.1954 (17.11.54)

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Es ist bekannt, daß das den Verbindungen der allgemeinen Formel (I) strukturell nahestehende 2-Methyl-4,6-dinitrophenol (Dinitro-ortho-kresol, DNOC) und seine Alkalisalze eine herbizide und akarizide Wirkung aufweisen. Zusammensetzungen mit dieser Substanz als Wirkstoff sind z.B. Novenda und Kresonit. Ein anderes bekanntes Herbizid ist das 2-sec.-Butyl-4,6-dinitrophenol (DNBP), eine dem Dinitro-ortho-kresol verwandte Verbindung, die in kleineren Dosen auch als Biostimulator in Maiskulturen verwendet werden kann (Ohlrogge, A.J.: The Development of DNBP /Disoseb/ as a Biostimulant for Corn in Plant Growth Regulators; Editor: Stutte C.A. 79 bis 87 pp. Advances in chemistry series; 159. American Chemical Society, Washington, 1977). Herstellungsverfahren sind bisher nur für Verbindungen bekannt geworden, die den erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel (I) strukturell nahestehen. Über die Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel (I) und über deren biologische Eigenschaften gibt die Literatur keinerlei Hinweis. In der GB-PS 1 378 994 ist die Herstellung des 2,4-bis-(Trifluormethyl)-6-nitrophenols und seiner Derivate beschrieben, Die Herstellung des 2,6-Dinitro-4-trifluormethylphenols und seiner Derivate ist in der US-PS 3 813 446 beschrieben. Diese bekannten Verfahren werden in organischen Lösungsmitteln, gegebenenfalls in Gegenwart eines Phasentransfer-Katalysators ausgeführt. Dabei laufen auch unerwünschte Nebenreaktionen ab, zum Beispiel die Bildung von Ätherderivaten in methanolischem Medium, oder die Hydrolyse der Trifluormethylgruppe zur Carboxylgruppe.

Ziel der Erfindung:

Ziel der Erfindung sollte ein Verfahren zur Herstellung

der eingangs genannten Verbindungen bereitzustellen, bei dem die bei den bekannten Verfahren zu verzeichnenden Nebenreaktionen nicht auftreten, das auch im großtechnischen Maßstab wirtschaftlich ist und zu Produkten geeigneter Reinheit führt.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Die Verbindungen der Formel I werden hergestellt, indem man im ersten Schritt aus 2-Chlor-3,5-dinitro-benzotrifluorid durch Umsetzen mit einem Alkali- oder Erdalkalihydroxyd das entsprechende Alkali- oder Erdalkaliphenolat herstellt. Die Reaktion wird ohne Katalysator in wäßrigem Medium bei 20 bis 100°C, vorzugsweise bei 60 bis 80°C, und einer Laugenkonzentration von 5 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 15 Gew.-% durchgeführt. Das bei der Hydrolyse erhaltene Phenolat kann mittels einer Säure in an sich bekannter Weise in das Phenolderivat übergeführt werden. Gewünschtenfalls kann aus dem erhaltenen Phenol (X = H) durch Umsetzen mit einer entsprechenden Base eine andere Verbindung der allgemeinen Formel (I) hergestellt werden.

Die Verbindungen der allgemeinen Formel (I) werden aus dem Reaktionsgemisch isoliert und können dann zu Pestiziden verarbeitet werden.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen Verbindungen der allgemeinen Formel (I) wurden in Form unterschiedlicher Zusammensetzungen in zahlreichen wissenschaftlichen Tests auf ihre biologische Wirksamkeit hin untersucht. Die Versuche verliefen erfolgreich und bewiesen, daß mit den Verbindungen der allgemeinen Formel (I) die Auswahl der pestiziden Mittel durch neue herbizide, akarizide und wachstumsregulierende Mittel bereichert werden kann.

Die Verbindungen der allgemeinen Formel (I) werden zur Vernichtung von Schädlingen beziehungsweise zur Regulierung des pflanzlichen Wachstums eingesetzt.

Die neuen Verbindungen der allgemeinen Formel (I) bereichern die Auswahl an Verbindungen ähnlicher Wirkungsrichtung. Sie stellen demnach eine Bereicherung der Technik dar. Das erfindungsgemäße chemische Verfahren hat den Vorteile, diese Verbindungen in wirtschaftlicher, einfacher und gut reproduzierbarer Weise zu liefern. Vorteilhaft ist ferner, daß durch die Reaktionsführung in einem wäßrigen Medium, ohne Katalysator, bei der Hydrolyse keine schädlichen Nebenreaktionen ablaufen.

Ausführungsbeispiele:

Die Erfindung wird an Hand der folgenden Beispiele näher erläutert, ist jedoch nicht auf diese Beispiele beschränkt.

Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel (I)

Beispiel 1

In einem Kolben von 1000 cm³ Volumen, der mit Rührer, Tropftrichter, Rückflußkühler und Thermometer ausgerüstet ist, werden 300 g 10 %ige NaOH-Lösung (0,75 Mol NaOH) vorgelegt. Zu der Lauge werden unter Rühren 81,3 g 2-Chlor-3,5-dinitro-benzotrifluorid 95 %iger Reinheit (= 0,3 Mol) gegeben. Das Gemisch wird auf 60°C erwärmt und bei 60 bis 65°C 4 Stunden lang gerührt. Dabei entsteht aus der wäßrigen Suspension eine Emulsion.

Das Reaktionsgemisch wird unter Rühren auf Raumtemperatur (20 bis 25°C) abgekühlt und innerhalb einer Stunde mit einer 0,83 Mol HCl entsprechenden Menge an 37 %iger Salzsäure versetzt. Während der gleichmäßig vorzunehmenden

Dosierung wird das Gemisch intensiv gerührt. Der ausgefallene Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser gewaschen und bei Raumtemperatur bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Man erhält 68,1 g 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol mit einem Reinheitsgrad von 94 % (identifiziert mit einem an den Gaschromatographen angeschlossenen Massenspektrometer). Ausbeute: 90 %.

Beispiel 2

In einen mit Rührer und Rückflußkühler versehenen emaillierten Reaktor von 250 Liter Volumen werden 60 kg Wasser eingefüllt. In das Wasser werden unter Rühren durch einen Pulvertrichter 32,5 kg 2-Chlor-3,5-dinitro-benzotrifluorid eingerührt. Das Reaktionsgemisch wird auf 75°C erwärmt. Mittels einer Dosierpumpe werden mit gleichmäßiger Geschwindigkeit 65 kg 20 %ige Natronlauge in den Reaktor gepumpt, die Temperatur wird dabei bei 75 bis 80°C gehalten. Das Reaktionsgemisch wird weitere 3,5 Stunden lang bei der angegebenen Temperatur gerührt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Innerhalb einer Stunde werden mit gleichmäßiger Geschwindigkeit 9,5 kg konzentrierte Salzsäure zugesetzt. Der ausgefallene Niederschlag wird abzentrifugiert, mit Wasser gewaschen und an der Luft bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Man erhält 28 kg 2-Trifluormethyl-4,6-dinitro-phenol eines Reinheitsgrades von 94,3 %. Ausbeute: 92,4 %.

Herstellung der Zusammensetzungen:

Beispiel 3

60 gew.-%iger Emulsionskonzentrat (EC 60)

433 g 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol (97 %ig) werden bei 40°C in einem Gemisch aus 200 g Isophoron und 25 g Xylol gelöst. Die Lösung wird auf Raumtemperatur gekühlt

und durch ein GAF-Filter der Porenweite 0,1 µm filtriert. Dem Filtrat werden als Emulgator 36 g Tensiofix B 7425 und 6 g Tensiofix LS unter Rühren zugesetzt.

Beispiel 4

60 gew.-%iges Emulsionskonzentrat (EC 60)

Man arbeitet auf die im Beispiel 3 beschriebene Weise, verwendet jedoch statt Isophoron Cyclohexanon und statt Xylol das Lösungsmittel Aromatol. Als Emulgatoren werden die in der folgenden Tabelle genannten Produkte eingesetzt.

Emulgator	in g:	A	B	C
Tensiofix AS		18	-	10
Tensiofix LS		24	-	-
Emulsogen EL		-	12	25
Sapogenat T 180		-	10	-
Sapogenat T 500		-	20	7

Beispiel 5

20 gew.-%iges wasserlösliches Konzentrat (WSC 20)

Zu 300 g einer 30 %igen wäßrigen Lösung von 2-Trifluormethyl-4,6-dinitro-natriumphenolat werden als Emulgator 50 g Äthylenglycol und 4 g Tensiofix CG-21 gegeben. Die Lösung wird unter Rühren mit entsalztem Wasser auf 450 g aufgefüllt.

Beispiel 6

20 gew.-%ige ölige Paste

620 g 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol werden in 500 g Cyclohexanon gelöst und zu der Lösung 120 g kosmetisches Vaselineöl gegeben. Mit Hilfe eines Ultra-turrax-Mischers wird die erhaltene Lösung mit einer 10 %igen Lösung des Emulgators Tensiofix PO-132 emulgiert, wobei die Temperatur auf 30°C gehalten wird. Das Gemisch wird auf 15°C abgekühlt. Innerhalb einer Stunden wird unter langsamen Rühren die 0,2 %-ige Lösung von Kelsan S in Äthylenglycol in einer Menge von 50 g in dem Gemisch verteilt.

Wirkungsuntersuchungen

Beispiel 7

Untersuchung der herbiziden Wirkung im Gewächshaus

In Anzuchtgefäße wurden die Samen von weißem Senf, krummem Amaranth, weißem Gänsefuß (Melde), italienischem Fennich, Winterweizen und Mais ausgesät. Nach dem Auflaufen wurden die Pflanzen im 2-4 blättrigen Stadium mit 0,2 %iger Spritzbrühe (hergestellt durch Verdünnen von aus den Versuchsverbindungen hergestellten 10 %igen EC- und WSC-Präparaten) besprüht, wobei jede Verbindung in den Aufwandsmengen von 2,5, 5 und 10 kg/ha getestet wurde. Am 14. Tag nach der Behandlung wurde die Schädigung der Pflanzen in Prozent ermittelt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 1 zusammengestellt.

Tabelle 1

Verbindung	Dosis kg/ha	Senf	Ama- ranth	Gänse- fuß	Fen- nich	Weizen	Mais
2-Trifluormethyl- 4,6-dinitrophenol	1,25	45	50	75	0	0	0
	2,55	75	85	90	10	5	5
	5,0	95	100	100	30	10	15
2-Trifluormethyl- 4,6-dinitrophenol- diathanolamin	1,25	40	50	70	0	0	0
	2,5	60	60	75	-	-	-
	5,0	80	85	80	10	10	10
2-Trifluormethyl- 4,6-dinitrophenyl- dimethylamin	1,25	45	50	70	0	0	0
	2,5	55	65	75	0	0	0
	5,0	75	80	85	20	10	10
2-Trifluormethyl- 4,6-dinitrophenol- natrium	1,25	50	60	70	0	0	0
	2,5	80	85	90	10	0	10
	5,0	100	100	100	15	15	15
2-Trifluormethyl- 4,6-dinitrophenol- kalium	1,25	65	45	70	0	0	0
	2,5	75	85	90	10	0	10
	5,0	90	100	100	15	15	15

Beispiel 8

Bestimmung der Hemmung der Hill-Reaktion

Mittels der Methode von Arnon u.a. wurden aus Spinat Chloroplasten isoliert. Zu einem Gramm von den Adern gereinigter Spinatblätter wurden 6 ml 0,35 molare Kochsalzlösung und 0,6 ml 0,2 molarer TRIS-Puffer gegeben. Das Ganze wurde gemahlen, durch mehrere Schichten Gaze filtriert und dann bei einer Drehzahl von 200 5 Minuten lang zentrifugiert. Der Chloroplasten-Niederschlag wurde in 0,035 molarer Kochsalzlösung suspendiert, im Potter-Rohr homogenisiert und die erhaltene Chloroplast-Suspension bei 0°C bis zur Verwendung gelagert.

Aus der Chloroplast-Suspension und $K_3Fe(CN)_6$, K_2HPO_4 , TRIS.HCl-Puffer und $MgCl_2$ wird ein Gemisch bereitet. Zu diesem werden im Konzentrationsbereich von 10^{-10} bis 10^{-3} Mol hergestellte Lösungen der Verbindungen der allgemeinen Formel (I) (als Inhibitoren) beziehungsweise als Standardsubstanzen entsprechende Lösungen von N-(3,4-Dichlorphenyl)-N',N'-dimethylcarbamid (DCMU) und Dinicro-ortho-kresol (DNOC) gegeben. Die erhaltenen Gemische werden 20 Minuten lang einer Beleuchtungsstärke von 5000 lux ausgesetzt. Dann wird die Reaktion durch Zugabe von 25 %iger Trichloressigsäure (TCA) abgebrochen. Der Niederschlag wird durch Zentrifugieren entfernt, und die Extinktion der Lösung wird bei 420 nm mit einem Photometer des Typs Spektromom 204 gemessen. Die Meßreihe wird mit im Dunkeln gehaltenen Proben wiederholt. Die Hemmung der Hill-Reaktion wurde auf Grund des Unterschieds der Extinktion der im Licht und der im Dunkeln gehaltenen Proben ermittelt und mittels einer Eichkurve in $\mu g/ml$ Kaliumferrocyanid umgerechnet. (Die Prozentwerte der Hemmung wurden als Funktion der Konzentration dargestellt, und aus der Kurve wurden die zu einer 50 %igen Hemmung gehörenden Konzentrationen abgelesen (I_{50} .)

Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 dargestellt.

Verbindung	I_{50} (Mikgomol/ dm^3)
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol	0,21
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol- diäthanolamin	0,57
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol- dimethylamin	0,52
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol- NH_4	0,25
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol-Na	0,20
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol-K	0,31
Vergleichssubstanzen:	
Dinitro-ortho-kresol-Na	0,86
N-(3,4-Dichlorphenyl)-N',N'-dimethylcarbamid	0,071

Aus diesen Angaben ist ersichtlich, daß 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol und seine Salze ähnlich wie das N-(3,4-Dichlorphenyl)-N',N'-dimethylcarbamid Inhibitoren des zweiten photochemischen Systems sind und ihre Wirksamkeit etwa zwischen der des N-(3,4-Dichlorphenyl)-N', N'-dimethylcarbamids und des Dinitro-ortho-kresols liegt. Von den neuen Verbindungen zeigen in diesem Test die Aminsalze eine geringere Wirksamkeit als die Alkali- und Ammoniumsalze.

Beispiel 9

Untersuchung der herbiziden Wirksamkeit an Mais (Freiland)

Die Untersuchungen wurden mit dem gemäß Beispiel 5 formulierten 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol-Na WSC 20 beziehungsweise dem gemäß Beispiel 3 formulierten 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol EC 60 vorgenommen. Am 25./26. April wurden in braunen Waldboden, der 1,8 % organische Substanzen enthielt, Maiskörner der Sorte Pioneer 3950 mit einer Keimzahl von 73 000/ha 8-10 cm tief ausgesät. Am 30. Mai wurde mit einer Parzellensprühvorrichtung (Sprühkopf Tee-Jet 11 002, 1,5 atm Druck) und einer Wasseraufwandsmenge von 300 Liter/ha gespritzt. Zu diesem Zeitpunkt hatten die meisten Maispflanzen 3-4 Blätter, die meisten Unkräuter 2-4 Blätter. Jede Zusammensetzung wurde in vier Parallelversuchen getestet. Zum Zeitpunkt der Behandlung war die Fläche zu 87,5 % mit Unkraut bedeckt. Davon waren 58 % Amaranth, 27 % Gänsefuß und der Rest Hahnenfuß. Die Wirkung wurde am 15. Juni ausgewertet. Dabei wurden die herbizide Wirkung auf die Unkräuter und die am Mais wahrgenommene phytotoxische Wirkung mit Hilfe der EWRC-Skala bestimmt.

Tabelle 3 zeigt die Bewertungsskala, in Tabelle 4 sind die Ergebnisse zusammengefaßt. Jeder Wert ist der Mittelwert von 4 Parallelversuchen.

Tabelle 3
EWRC-Wertskala

Wert	Unkrautvernichtende Wirkung	Vernichtung %	Schädigung der Kulturpflanzen	in Prozent %
1	ausgezeichnet	100	keine	0
2	ausgezeichnet	99	sehr schwach	1
3	gut	98	schwach	2
4	zufriedenstellend	95	schwach bis mäßig	5
5	zureichend	90	mäßig	10
6	unzureichend	75	mittelmäßig	25
7	schlecht	50	stark	50
8	sehr schlecht	25	sehr stark	75
9	unbrauchbar	0	völlige Vernichtung	100

Tabelle 4
EWRC-Werte für verschiedene Pflanzen

Wirkstoff und Dosis Pflanze	2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol-Na 20 WSC		2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol 60 EC	
	5 l/ha	10 l/ha	1,6 l/ha	3,2 l/ha
Amaranth	3	1,5	4	2
weißer Geänsefuß	2	1	3,5	1
Echinochloa	5	2	7	3,5
Mais	1,5	1,5	1	1

Beispiel 10

Wachstums- und Ertragsförderung bei Mais

Am 20. April wurde Mais der Sorte MVSC 3780 mit einer Keim-

zahl von 55 000/ha ausgesät. Zu Beginn der Blütezeit, am 22. Juli, wurde von einem Hubschrauber aus mit 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol-Na (20 WSC) gesprüht. Die Aufwandmenge betrug 0,25 Liter/ha (= 0,05 kg/ha). Jeder der beiden Parallelversuche wurde auf einer 4 Hektar großen Parzelle durchgeführt. Pro Hektar wurden 50 Liter Wasser verwendet. Der Mais wurde am 3. November geerntet. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle 5 zusammengestellt.

Tabelle 5

Parameter	Versuch I	Versuch II	Kontrolle
Kolbenlänge, cm	16,07 ± 2,19	17,06 ± 2,71	17,33 ± 1,87
Anteil der nicht völlig mit Körnern besetzten Kolben, %	62	66	84
mit Körnern besetzter Teil des Kolbens			
cm	14,52 ± 2,80	15,35 ± 3,93	15,33 ± 2,48
%	90,35	93,34	89,97
Gewicht eines Kolbens, g	229,6 ± 6	208,4 ± 5	191,6 ± 4
Ernteertrag, t/ha	4,25	4,08	3,55
in % der Kontrolle	119,5	114,9	100

Die Versuche erwiesen, daß das 2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol-Na seine ertragssteigernde Wirkung über größere Körner und eine bessere Besetzung des Kolbens mit Körnern ausübt.

Beispiel 11

Untersuchung der akariziden Wirksamkeit

Die Versuche wurden an in Abständen von 7,5 m x 4,5 m gepflanzten Apfelbäumen (Golden delicious) vorgenommen. Am 16. März, vor dem Austreiben der Sprossen, wurde von einem Haflinger-Sprühauto aus mit einer Hochdrucksprühpistole (20 bar) gesprüht. 48 Stunden nach der Behandlung wurden von jeder Parzelle, gleich, ob behandelt oder unbehandelt, 5 x 10 Fruchtriebe gesammelt (auf jeder Parzelle wuchsen 5 Bäume) und diese im Laboratorium so lange beobachtet, bis im Falle der unbehandelten Kontrolle alle Webermilben ausgeschlüpft waren (12, Tag). Die Mortalität wurde aus der Anzahl der ausgeschlüpften Milben in Prozent der Kontrolle berechnet. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 6 angegeben.

Tabelle 6

Komposition	Konz. %	ausgeschlüpfte Milben (Stck) aus 5x10 Trieben	abgestorbene Eier %	Befall in % der Kontrolle
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol-Na 20 WSC	2,5	19	96,35	3,65
2-Trifluormethyl-4,6-dinitrophenol EC 60	0,8	23	95,59	4,41
Dinitro-ortho- kresol (DNOC-25) Paste	2,0	27	94,82	5,18
unbehandelte Kontrolle	-	521	0	100

Die Verbindungen der allgemeinen Formel (I) übertreffen wie die Tabelle zeigt, die Wirkung der Referenzsubstanz Dinitro-ortho-kresol (Paste Novenda 25).

E r f i n d u n g s a n s p r u c h :

1. Verfahren zur Herstellung von Dinitrophenolen der allgemeinen Formel (I), worin

X für Wasserstoff, ein Alkalimetall oder ein Erdalkalimetall, für eine Alkyl- oder Alkenylcarbonylgruppe mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, für eine gegebenenfalls durch Halogen substituierte Phenylcarbonylgruppe oder eine Gruppe der allgemeinen Formel



in der R_1 , R_2 und R_3 unabhängig voneinander Wasserstoff, eine Alkyl-, eine Alkoxyalkyl-, eine Alkenyl-, eine Hydroxyalkyl-, eine Cycloalkyl- oder eine gegebenenfalls substituierte Phenylgruppe bedeuten,

dadurch gekennzeichnet, daß man 2-Chlor-3,5-dinitrobenzotrifluorid mit einem Alkali- oder Erdalkalihydroxyd in einem wäßrigen Medium in Abwesenheit von Katalysatoren hydrolysiert und das erhaltene Phenolat gegebenenfalls zum Phenol oder zu anderen Verbindungen der allgemeinen Formel (I) umsetzt.

2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß man die Hydrolyse bei einer Laugenkonzentration von 5 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 15 Gew.-%, durchführt.

3. Verfahren nach Punkt 1 oder 2, gekennzeichnet dadurch, daß man die Hydrolyse bei Temperaturen von 20 bis 100°C, vorzugsweise 60 bis 80°C, vornimmt.

- Hierzu 1 Formelblatt -

