



306396

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

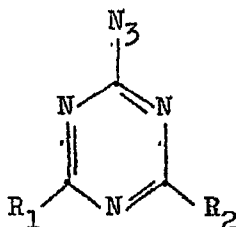
por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ANTIPARASITARIOS", a favor
de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en
Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a antiparasitarios
especialmente agentes herbicidas y microbicidas, que contie-
nen como materia activa, un compuesto de la fórmula general

5.



(I)

306396

25



- 2 -

en la que

5. R_1 significa hidrógeno, un radical alifático con hasta 18 átomos de carbono, el grupo -CN, !SCN, o -ZX, en donde Z se halla para oxígeno o azufre y X para un radical alifático, eventualmente sustituido con hasta 18 átomos de carbono, o un radical cicloalifático de 5 a 7, de preferencia 6 miembros,
10. R_2 significa uno de los radicales indicados para R_1 o un radical de azida, un átomo de halógeno o el grupo $-N \begin{matrix} / A_1 \\ \backslash A_2 \end{matrix}$, en donde A_1 se halla para un radical alifático eventualmente sustituido con hasta 18 átomos de carbono,
15. un radical cicloalifático de 3 a 12 miembros, un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo inferior, A_2 se halla para hidrógeno o uno de los radicales indicados para A_1 o significa junto
20. con A_1 y el átomo de nitrógeno, un radical heterocíclico de 5 a 7, de preferencia de 6 miembros,
25. así como eventualmente todavía por lo menos una de las adiciones siguientes: disolventes, diluentes, dispersantes, adherentes, así como otros antiparasitarios, especialmente herbicidas y fungicidas.

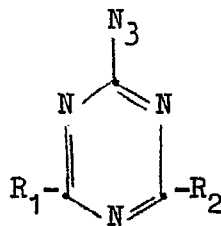
306396



- 3 -

En particular, la presente invención se refiere a tales agentes de la clase arriba indicada, que contienen como materia activa, un compuesto de la fórmula general

5.



(II)

10.

en la que

R_1 significa un radical alquilo inferior o el grupo $-ZX$, en donde Z se halla para oxígeno o azufre y X se halla para un radical hidrocarburo alifático, saturado o insaturado, con hasta 8 átomos de carbono, un radical alcoxialquilo o cloroalquilo inferior o un radical cicloalifático de 6 miembros, eventualmente sustituido mediante grupos alquilo o bien alquilo inferiores,

20.

R_2 significa uno de los radicales indicados para R_1 o un átomo de halógeno, en especial un átomo de flúor, cloro o bromo, el radical azida o el grupo $-N \begin{matrix} \diagup A_1 \\ \diagdown A_2 \end{matrix}$, en donde A_1 se halla para

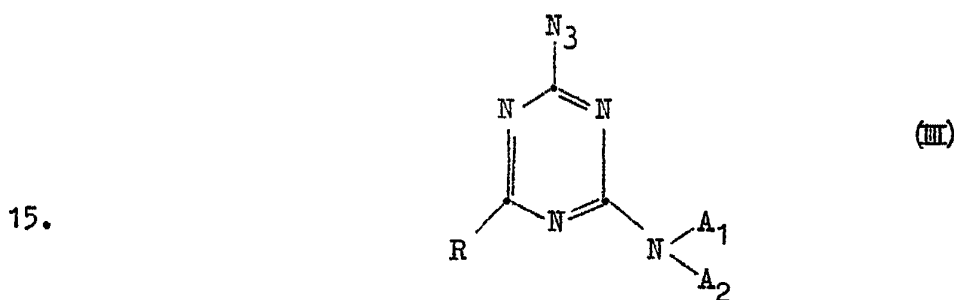
25.

un radical alquilo o alquenilo con hasta 18



5. átomos de carbono, un radical cicloalifático de 3 a 12 miembros, un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo, y A₂ se halla para hidrógeno o un radical alquilo inferior, o significa junto con A₁ y el átomo de nitrógeno, un radical heterocíclico de 6 miembros.

10. Entre estos agentes se forman por otra parte aquellos grupos ventajosos, que, como materia activa, contienen un compuesto de las fórmulas generales siguientes:



en la que

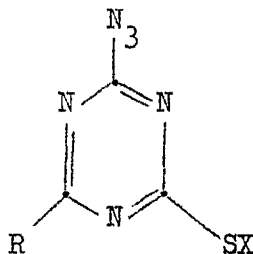
20. A₁ significa un radical alquilo o alqueno con hasta 18 átomos de carbono o un radical cicloalifático de 3 a 12 miembros, o un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo,
25. A₂ significa hidrógeno o un radical alquilo inferior o significa junto con el nitrógeno y A₁



el radical morfolino y

R significa un átomo de halógeno, en especial un átomo de cloro, flúor o bromo, un radical alquilo inferior o el radical azida;

5.



10.

en la que

X significa un radical alquilo alqueno con hasta 5 átomos de carbono, de preferencia el radical metilo y

15.

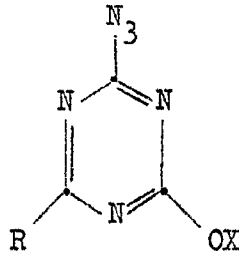
R se halla para el grupo $-N \begin{matrix} \diagup A_1 \\ \diagdown A_2 \end{matrix}$, en donde A_1

significa un radical alquilo o alqueno con hasta 18 átomos de carbono o un radical cicloalquilo de 3 a 12 miembros, o un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo inferior, A_2 significa

20.

hidrógeno u. un radical alquilo inferior o junto con A_1 significa el radical piperidino o morfolino;

25.



(V)

5.

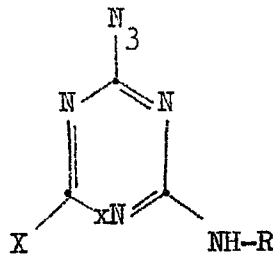
en la que

10. X significa un radical hidrocarburo alifático saturado o insaturado con hasta 8 átomos de carbono, un radical alcoxialquilo o cloroalquilo inferior o un radical ciclohexilo o un radical alquilen-ciclohexil-alquilo y

15. R significa el radical de azida o el grupo $-N \begin{matrix} \swarrow A_1 \\ \searrow A_2 \end{matrix}$, en donde A_1 se halla para un radical hidrocarburo alifático saturado o insaturado con hasta 8 átomos de carbono, un radical alcoxialquilo inferior o un radical ciclohexilo y A_2 se halla para hidrógeno o un radical alquilo inferior.

20.

Se caracterizan por una acción herbicida especialmente buena, los compuestos de la fórmula general siguiente:



(VI)

25.



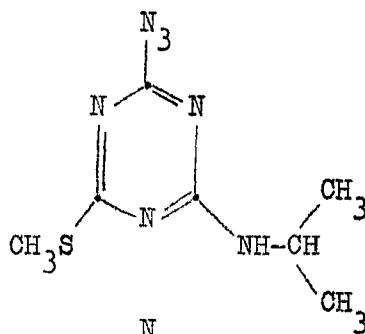
en la que

R significa un radical alquilo inferior o el radical alcoxialquilo inferior o el radical ciclohexilo y

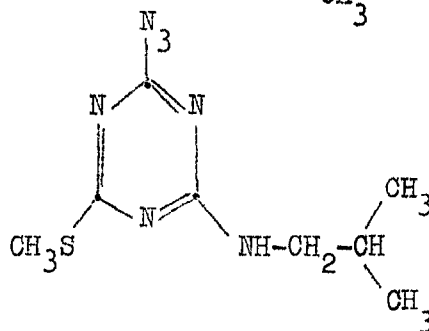
- 5. X se halla para un átomo de cloro o los grupos $\text{CH}_3\text{-S-}$, CH_3O , o el radical de azida.

Entre estos compuestos todavía son de destacar como especialmente activos, los siguientes:

10.



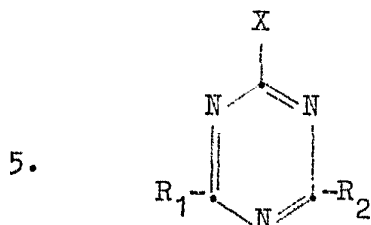
15.



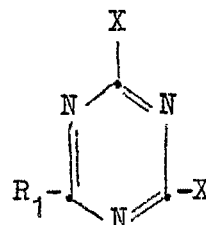
20.

Los nuevos compuestos de la fórmula general (I) pueden prepararse según métodos de por si conocidos, por ejemplo, un compuesto de la fórmula general

25.



ó



en la que

10. R_1 y R_2 poseen la significación indicada más arriba en el caso de la fórmula general (I) y

X se halla para un átomo de halógeno o un grupo de amonio cuaternario,

15. se hace reaccionar a temperatura baja o elevada, de preferencia entre -30° y 100° C con una azida alcalina por ejemplo NaN_3 , de preferencia en una fase disolvente homogénea o heterogénea, por ejemplo acetona/agua, dioxano/agua o dimetilformamida.

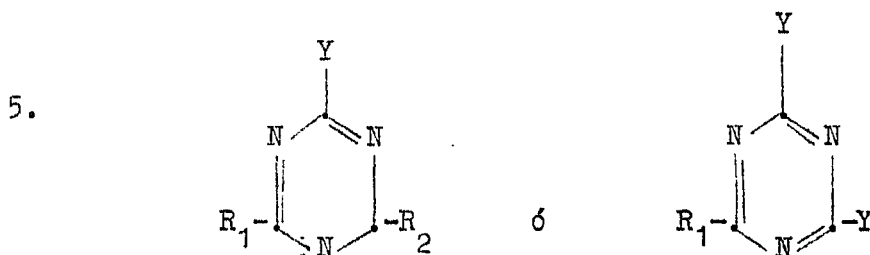
20. Si se efectúa, al elegir un compuesto de partida de la fórmula (III) una sustitución selectiva del grupo X, se trabaja según las formas de trabajo conocidas para la sustitución en forma de fase en 1,3,5-triazinas. (ver Smolin et al: s. triazinas y derivados; Interscience Publisher; New York (1959)).

25. Otro procedimiento para la preparación de las



- 9 - 306396

materias activas de la fórmula (I) consiste en que sobre un compuesto de la fórmula



10. en la que

R_1 y R_2 poseen la significación indicada al principio e

Y se halla para un grupo de hidrazina, se hace actuar ácido nitroso o un agente que suministra

15. ácido nitroso. Como agentes que suministran ácido nitroso pueden entrar en consideración, en primer lugar, las sales de este ácido, a cuyo efecto se trabaja luego en solución acuosa, ácida.

20. En lo sucesivo se pueden utilizar para este objeto nitritos alquílicos en solución alcohólica, como nitrito etílico, nitrito butílico, nitrito amílico.

25. La invención se refiere además a la utilización de los compuestos de la fórmula (I) arriba indicada para combatir parásitos, en especial desarrollo de plantas indeseadas, así como microorganismos perjudiciales, como

306396

25



bacterias y mohos, insectos, por ejemplo Musca doméstica acéridos por ejemplo aradores, nematodos y moluscos, como por ejemplo caracoles de tierra y de agua.

5. La invención se refiere asimismo a la utilización de los compuestos de la fórmula (I) arriba indicada para el deshoje del algodón.

10. Una ventaja especial de la materia activa de la fórmula (I) anterior o bien del agente, que contiene esta materia activa, consiste en que no solamente se puede aplicar como herbicida total, sino que en la concentración correspondiente también puede utilizarse como herbicida selectivo. Así, por ejemplo es posible combatir con gran éxito el desarrollo de plantas indeseadas en cultivos de plantas útiles, sin que se origine un perjuicio
15. remarcable en dicha plantas útiles.

Los agentes de acuerdo con la invención se pueden presentar en diferentes formas de empleo. Para la preparación de soluciones directamente rociables de los compuestos de la fórmula general (I) pueden entrar en
20. consideración, por ejemplo fracciones de aceite mineral de zona de ebullición desde elevada a media, de preferencia que se halle por encima de 100°C, como gas-oil o queroseno, aceite de alquitrán y aceites vegetales y animales, así como hidrocarburos, como naftalinas alquiladas, tetrahidronaftalina, eventualm_ente bajo utiliza-
25. ladas, tetrahidronaftalina, eventualm_ente bajo utiliza-



ción de mezclas de xilol, ciclohexanolos, cetonas, además hidrocarburos clorados, como tri- y tetracloroctano, tri-cloroctileno o tri- y tetraclorobencenos.

- Las formas de aplicación acuosa se elaboran, por ejemplo a partir de concentrados de emulsión, pastas, o polvos de rociado humectables, mediante adición de agua. Como emulgentes o dispersantes pueden entrar en consideración, por ejemplo productos no-ionógenos, como productos de condensación de alcoholes alifáticos, aminas o
5. ácidos carboxílicos con un radical de hidrocarburo de cadena larga de unos 10 a 20 átomos de carbono con óxido de etileno, por ejemplo el producto de condensación de alcohol octadecílico y 25 a 30 moles de óxido de etileno, o el de ácido graso de soja y 30 moles de óxido de etileno, o el de olcilamina técnica y 15 moles de óxido de etileno o el de dodecilmercaptano y 12 moles de óxido de etileno. Entre los emulgentes aminnactivos, que pueden utilizarse, con de citar la sal sódica del éster del ácido dodecilalcoholsulfúrico, la sal sódica del
 10. ácido dodecilbenconsulfónico, la sal potásica o trietanolamínica del ácido olcico o del ácido abiotínico o de mezclas de estos ácidos, o la sal sódica de un ácido petroleosulfónico. Como dispersantes cationactivos pueden
 15. entran en consideración compuestos de amonio cuaternario, como el bromuro octilpiridínico o el cloruro dioxetil-
 - 20.
 - 25.



bencilododecilamónico.

- Para la preparación de agentes en polvo y de diseminación pueden utilizarse, como materias sólidas de soporte, talco, caolín, bentonita, carbonato cálcico, fosfato cálcico, pero también carbón, serrín de corcho, serrín de madera, y otros materiales de origen vegetal. También es muy adecuada la preparación de los preparados en forma granulosa. Las diferentes formas de aplicación pueden proveerse en forma usual de adición de materias
5. que mejoran la distribución, la estabilidad, la estabilidad a la lluvia o el poder de penetración; como tales materias son de citar: ácidos grasos, resinas, cola, cascina o alginatos.
- 10.

- Los agentes de acuerdo con la invención se pueden utilizar solos o junto con antiparasitarios usuales, en especial insecticidas, acaricidas, nematocidas, bactericidas u otros fungicidas o bien herbicidas.
- 15.

- Entre las malas hierbas, que se combaten con los agentes de acuerdo con la invención, son de comprender asimismo plantas de cultivo indeseadas, por ejemplo cultivadas sobre el terreno a tratar en un periodo anterior. Los agentes se pueden aplicar no solamente según el procedimiento de pre-emergencia sino también según el procedimiento de post-emergencia.
- 20.

25. Los compuestos de la fórmula general (I) son



asimismo adecuados como acelerantes de polimerización en la preparación de resinas artificiales, por ejemplo resinas de estireno.

5. La invención se refiere además a los nuevos compuestos de la fórmula general (E) como tales, así como a su preparación.

10. En la descripción anterior y en los ejemplos siguientes, las partes significan, mientras no se indique lo contrario, partes en peso, los porcentajes significan tantos por ciento sobre el peso, las temperaturas se indican en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

15. 1.) 2-etilamino-4-azido-6-cloro-1,3,5-triazina

20. A la solución de 12 partes de azida sódica en 100 partes de agua se añade gota a gota bajo buena agitación, 19,6 partes de 2-etilamino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina, disueltas en 50 partes en volumen de acetona. La temperatura de la suspensión se eleva a 31°. La mezcla se agita todavía durante 1 hora a esta temperatura y luego se filtra. El producto es cristalino en alcohol. Punto de fusión 97-98°.

25. En forma análoga se prepararon:



- 2.) 2-azido-4-n-butilamino-6-cloro-1,3,5-triazina, punto de fusión 76-77° (alcohol),
- 3.) 2-azido-4-cloro-6-isobutilamino-1,3,5-triazina, punto de fusión 110-111° (ciclohexano),
5. 4.) 2-azido-4-sec.butilamino-6-cloro-1,3,5-triazina, punto de fusión 48-52° (hexano).

La 2,4-dicloro-6-sec.butilamino-1,3,5-triazina requerida como producto intermedio para el compuesto nº 4, se preparó según la disposición de J.T. Thurston et al., J.

10. Amer. Chem. Soc. 73, 2981 (1951). El producto se extrajo de la mezcla reaccional con cloroformo y se destiló. Punto de fusión 108-110°/0,07 mmHg.
- 5.) 2-azido-4-tercibutilamino-6-cloro-1,3,5-triazina, punto de fusión 73-76° (hexano).
15. 6.) 2-azido-4-fluor-6-isobutilamino-1,3,5-triazina

- 135 partes de fluoruro de tricloro se mezclan con 1000 partes en volumen de acetona. Bajo refrigeración exterior con hielo se añade gota a gota a la solución 147 partes de isobutilamina. Tras finalizar
20. la reacción se filtra la mezcla. Lo filtrado se evapora, se fija en 500 partes en volumen de toluol y se lava con agua helada. La solución se seca con sulfato sódico exento de agua y se evapora. La 2,4-difluor-6-isobutilamino-1,3,5-triazina obtenida se destila al alto vacío.
 25. Punto de ebullición 90-92°/0,2 mm Hg. Punto de fusión



41-43º.

- 26 partes de 2,4-difluor-6-isobutilamino-1,3,5-triazina se disuelven en 50 partes en volumen de acetona y se trata bajo agitación con 10 partes de azida sódica y
5. 10 partes de agua. Mediante refrigeración se mantiene la temperatura por debajo de 32º. A continuación se agita la mezcla durante 24 horas a temperatura ambiente. Se trata con 200 partes de agua, se filtra el producto precipitado, se seca y cristaliza varias veces en hexano y
10. ciclohexano. Punto de fusión 100-103º.

7.) 2-azido-4-bromo-6-isobutilamino-1,3,5-triazina

- 125 partes de bromuro de triclorógeno se suspenden en 400 partes en volumen de acetona y se tratan a
15. 0º en forma de gotas con 57,5 partes de isobutilamina, Seguidamente la mezcla se agita todavía 4 horas a temperatura ambiente. Se filtra y se evapora lo filtrado. El residuo se disuelve en 750 partes en volumen de toluol y se lava con agua helada. La solución se seca sobre
20. sulfato sódico exento de agua y se evapora.

La 2,4-dibromo-6-isobutilamino-1,3,5-triazina obtenida es cristalizada en ciclohexano. Punto de fusión 92-94º.

- 46,5 partes de 2,4-dibromo-6-isobutilamino-1,3,5-triazina se disuelven en 60 partes en volumen de acetona
- 25.



- y se tratan bajo agitación con 10 partes de azida sódica y 20 partes de agua. La mezcla se calienta a 41° y a continuación se agita todavía durante 24 horas a temperatura ambiente. El producto se fija en 200 partes en volumen de toluol y se lava dos veces con 100 partes de agua. La solución se evapora. La 2-azido-4-bromo-6-isobutilamino-1,3,5-triazina obtenida cristaliza en óter de petróleo. Punto de fusión 83-87°.
- 5.
- 8.) 2-azido-4-isopropilamino-6-metil-1,3,5-triazina
- 10.
- 41 partes de 2,4-dicloro-6-metil-1,3,5-triazina se disuelven en 400 partes en volumen de acetona y se tratan en forma de gotas con 30 partes de isopropilamina. Mediante refrigeración se conserva la temperatura a unos
- 15.
- 25°. A continuación se agita la mezcla todavía 5 horas a temperatura ambiente, se filtra y se evapora. El residuo se disuelve en 300 partes en volumen de hexano. La solución se lava con agua helada, se seca sobre sulfato sódico exento de agua, se filtra y se evapora. La 2-cloro-
- 20.
- 4-isopropilamino-6-metil-1,3,5-triazina obtenida se destila. Punto de ebullición 143-146°/16 mm Hg. Punto de fusión 45-47°.
- 34,5 partes de 2-cloro-4-isopropilamino-6-metil-1,3,5-triazina se disuelven en 700 partes en volumen de
- 25.
- toluol seco y se tratan a unos 5° con 100 partes en vo-

306396



lumen de solución de trimetilamina 4-molar en toluol. Se conserva la mezcla todavía una hora a 5° y luego se deja reposar dos días a temperatura ambiente. La sal de amonio cuaternario precipitada se filtra y se seca a temperatura ambiente en alto vacío.

24,6 partes de cloruro 6-(2-isopropilamino-4-metil-1,3,5-triazinil)-trimetilamónico se disuelven en 50 partes de agua y se tratan con 12 partes de azida sódica. A continuación, la mezcla se agita durante 3 horas a 50°. Tras el enfriado se filtra el producto precipitado, se lava con agua, se seca y cristaliza en hexano. Punto de fusión 71-72°.

9.) 2-etilamino-4-azido-6-metilmercapto-1,3,5-triazina

15. La solución de 39,9 partes de 2,4-dicloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina en 120 partes en volumen de dioxano se cede en forma de gotas y bajo buena agitación a unos 10° a la mezcla de 13 partes de etilamina al 70% y 200 partes de agua, a continuación se agregan en forma de porciones 100 partes en volumen de lejía de sosa 2-n y se eleva la temperatura a 20°. Después de consumirse la lejía de sosa, se adicionan 20 partes de azida sódica sólida y la emulsión se agita durante 6 horas a unos 75°. La mezcla se enfría. El material precipitado se filtra y se lava dos veces con 100 partes de agua.

306396

25



El producto es cristalizado en metanol. Punto de fusión 114-116°.

En forma análoga se prepararon a partir de la 2,4-dicloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina con las ami-

5. nas correspondientes, los compuestos siguientes:
- 10.) 2-azido-4-metilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina. Punto de fusión 164-165° (en alcohol)
 - 11.) 2-azido-4-metilmercapto-6-n-propilamino-1,3,5-triazina. Punto de fusión 104-105° (en metanol).
 - 10. 12.) 2-azido-4-isopropilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina. Punto de fusión 92-94° (en ciclohexano).
 - 13.) 2-azido-4-n-butilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina. Punto de fusión 93-95° (en metanol).
 - 15. 14.) 2-azido-4-isobutilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina

- 196 partes de 2,4-dicloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina se disuelven en 1000 partes en volumen de benceno y se tratan en forma de gotas con 146 partes de isobutilamina. Mediante refrigeración exterior se mantiene la temperatura por debajo de 20°. La mezcla se agita a temperatura ambiente, hasta que no existe más amina libre y luego se filtra. Lo filtrado se lava con agua helada se seca sobre sulfato sódico exento de agua y se evapora. El residuo es cristalizado en hexano. La 2-cloro-4-
20. isobutilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina obtenida
- 25.



1964

306396

- 19 -

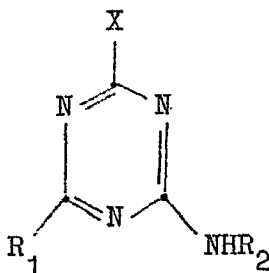
funde a 109-111º.

- 30 partes de 2-cloro-4-isobutilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina, 50 partes en volumen de azida sódica, 150 partes en volumen de dioxano y 150 partes en volumen de agua se agitan a 80º durante 24 horas. El producto se extrae con 300 partes en volumen de toluol. La solución se lava dos veces con 100 partes de agua cada vez, se seca sobre sulfato sódico exento de agua y se evapora. La 2-azido-4-isobutilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina obtenida funde a 102-103º, tras cristalización en ciclohexano a 102-104º.

En forma análoga, partiendo de las 2-alkilmercapto-4,6-dicloro-1,3,5-triazinas se obtuvieron los compuestos recopilados en la tabla siguiente:

15.

20.



306396



	R ₁	R ₂	X=Cl, punto fusión	X=N ₃ , punto de fusión
15.)	metilmercapto	butilo secundario	punto de ebullición 122°/0,5 mmHg	69-71° (éter de petróleo)
16.)	metilmercapto	beta-metoxietilo	85-87° (hexano)	90° (metanol)
17.)	metilmercapto	gamma-metoxipropilo	68-69° (ciclohexano)	59-60° (ciclohexano)
18.)	metilmercapto	beta-metilmercaptoetilo	92-94° (ciclohexano)	94-95° (alcohol)
19.)	isopropilmercapto	gamma-metoxipropilo	72-74° (hexano)	74-75° (metanol)
20.)	n-butilmercapto	"	63-65° (ciclohexano)	34-36° (hexano)
21.)	butilmercapto secundario	"	58-60° (éter de petróleo)	52-53° (éter de petróleo)

22.) Igualmente se preparó, partiendo de la 2,4-dicloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina sobre la 2-cloro-4-dietilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina (en éter de petróleo, punto de fusión 53-55°), la 2-azido-4-dietilamino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina. Este compuesto es líquido y muestra una banda fuerte a 4,66 μ en el espectro de infrarrojos.

23.) a.) 2-sec.butilmercapto-4-cloro-6-isopropilamino-1,3,5-triazina.

306396



- 21 -

- 107 partes de 2-sec.butilmercapto-4,6-dicloro-1,3,5-triazina se mezclan con 750 partes en volumen de toluol seco. A esta mezcla se ceden bajo agitación y paulativamente 53,2 partes de isopropilamina. La temperatura se conserva a unos 15º mediante refrigeración con hielo. A continuación se deja reaccionar a temperatura ambiente, todavía durante 1/2 hora. El precipitado formado se filtra. Lo filtrado se evapora. El residuo se destila al alto vacío.
- 5.
10. La 2-sec.butilmercapto-4-cloro-6-isopropilamina-1,3,5-triazina se obtiene como aceite altamente viscoso, que destila a 139º/0,05 mm Hg.
- b.) cloruro de 6-(2-sec.butilmercapto-4-isopropilamino-triazinil)-trimetilamonio
- 15.
- 78 partes de cloruro de 2-sec.butilmercapto-4-isopropilamino-triazinil)-trimetilamonio se disuelven en toluol seco. La mezcla se cede en forma de gotas, bajo agitación y de -5º a 0º, a una solución de 55 partes de trimetilamina en 500 partes en volumen de toluol seco. A continuación se agita la mezcla todavía 14 horas a unos 20º. La sal cuaternaria formada se filtra, se lava con toluol y se seca a temperatura ambiente al alto vacío.
- 20.
- c.) 2-azido-4-sec.butilmercapto-6-isopropilamino-1,3,5-triazina.
- 25.

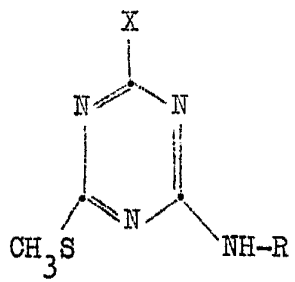


306396

20 partes de cloruro de 6-(2-sec.butilmercapto-4-isopropilamino-triazinil)-trimetilamonio se disuelven a temperatura ambiente en 50 partes de agua. Bajo agitación se introducen en la solución, 17 partes de azida 5. sódica sólida y luego se calienta a unos 60°. La mezcla se trata con 100 partes en volumen de benceno y 100 partes de agua. La fase acuosa se separa. La solución benecónica se seca sobre sulfato sódico exento de agua, se filtra y se evapora. El residuo se libera del último di- 10. solvente restante a temperatura ambiente y en alto vacío. Se obtiene la 2-azido-4-sec.butilmercapto-6-isopropilamino-1,3,5-triazina pura, como aceite viscoso.

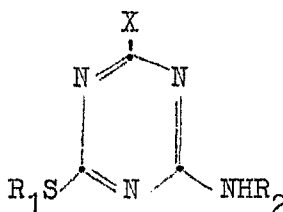
En forma análoga, partiendo de las 2-alquilmercapto-4,6-dicloro-1,3,5-triazinas se prepararon los 15. compuestos siguientes: Compuestos que precipitan cristalinos, al reaccionar con azida sódica, se filtran, se lavan con agua, se seca y recristalizan.

20.





	R	X=Cl, punto de fusión	X=N ₃ , punto de fusión
24.)	tercibutilo	punto de ebullición 97/98°/0,02 mmHg	59-63° (éter de petróleo)
25.)	octadecilo	58-60° (hexano)	79-80° (metanol)
26.)	oleilo	flúido	flúido
27.)	ciclopropilo	105-107° (toluol)	107-108°
28.)	ciclopentilo	punto de ebullición 140-145°/0,05 mm Hg 42-44°	76°
29.)	ciclohexilo	110-111° (ciclohexano)	112-113° (metanol)
30.)	ciclooctilo	67-69° (hexano)	55°
31.)	ciclododecilo	137-139°	76-78°
32.)	8 (ó 9)-tetra hidro-exo-di- ciclopentadi- nilo	124-125° (ciclohexano)	amorfo
33.)	beta-hidroxi- etilo	125-126° (nitro- benceno)	105-109° (metanol)
34.)	beta,beta-di- metoxietilo	90-91° (ciclohexano)	88° (")
35.)	beta-cianoe- tilo	133-134°	(metanol-agua) 146-148°
36.)	gamma-metoxi- propilo	68-69° (ciclohexano)	idéntico con 17.)





R ₁	R ₂	X=Cl, punto de fusión	X=N ₃ , punto de fusión
37.) etilo	isopropilo	punto de ebullición 128°/0,06 mmHg	flúido
38.) isopro- pilo	isobutilo	97-99° (hexano)	105-107° (metanol)
39.) "	sec.butilo	punto de ebullición 124°/0,3 mmHg	flúido
40.) n-butilo	isopropilo	punto de ebullición 123°/0,1 mmHg	27-33°
41.) "	isobutilo	58-59° (hexano)	60-61° (metanol)
42.) "	sec.butilo	punto de ebullición 158-160°/0,6 mmHg	flúido
43.) isobutilo	isopropilo	punto de ebullición 130°/0,15 mmHg	flúido
44.) "	isobutilo	punto de ebullición 143 145°/0,2 mmHg, punto de fusión 45-47°	65-66° (metanol)
45.) "	sec.butilo	punto de ebullición 135/0,2 mmHg	flúido
46.) "	gamma-me- toxipropilo	168-169°/0,1 mmHg, pun- to de fusión 46-47°	47-48° (metanol- agua)
47.) sec.buti- lo	isopropilo	127-128°/0,04 mmHg	flúido
48.) isoamilo	isobutilo	74-76° (hexano)	66-68° (metanol)



- 49.) 2-azido-4-metilmercapto-6-piperidino-1,3,5-triazina, punto de fusión 70-72° (metanol), de la 2-cloro-4-metilmercapto-6-piperidino-1,3,5-triazina, punto de fusión 81° (hexano).
5. 50.) 2-azido-4-metilmercapto-6-morfolino-1,3,5-triazina, punto de fusión 98-99° (metanol), de la 2-cloro-4-metilmercapto-6-morfolino-1,3,5-triazina, punto de fusión 92° (ciclohexano).
- 51.) a.) 2-otilamino-4-hidrazino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina: 41 partes de 2-otilamino-4-cloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina se disuelven en 200 partes en volumen de dioxano. A esta solución se adicionan en forma de gotas, a 30-50°, primero 10,5 partes de hidrato de hidrazina y a continuación 8 partes de hidróxido sódico, disuelto en 20 partes de agua. La mezcla se mantiene todavía algunas horas a 55° y luego se vierte sobre 600 partes de agua helada. El producto cristalino se filtra, se lava con agua helada y cristaliza dos veces en alcohol. Punto de fusión 150-151°.
15. b.) 2-otilamino-4-azido-6-metilmercapto-1,3,5-triazina
10 partes de 2-otilamino-4-hidrazino-6-metilmercapto-1,3,5-triazina se disuelven en 150 partes en volumen de ácido clorhídrico 1-n. De 0 a 5° se cede a la solución anterior, en forma de gotas 3,5 partes de nitrato sódico, disueltas en 10 partes de agua. El produc-
- 25.



to precipita seguidamente. La 2-etilamino-4-azido-6-metilmercapto-1,3,5-triazina formada se filtra, se lava con agua y cristaliza en metanol. Punto de fusión 116-117° (idéntico con 9.).

5.

52.) 2-azido-4-etilamino-6-metoxi-1,3,5-triazina

84 partes de 2,4-dicloro-6-metoxi-1,3,5-triazina se disuelven en 700 partes en volumen de toluol y se tratan a 5-8° en forma de gotas con 62 partes de etilamina al 70%. Cuando la mezcla reacciona neutra, se trata con 300 partes de agua. La fase orgánica se separa, se seca sobre sulfato sódico y se evapora. El residuo (2-etilamino-4-cloro-6-metoxi-1,3,5-triazina) cristaliza en hexano, punto de fusión 96-98°.

10.

15.

La mezcla de 38 partes de 2-etilamino-4-cloro-6-metoxi-1,3,5-triazina, 50 partes de azida sódica, 150 partes en volumen de dioxano y 150 partes de agua se agitan durante 48 horas a 60°. Se trata a temperatura ambiente con 200 partes de agua, el producto cristalino se filtra y cristaliza en metanol. Punto de fusión 116-117°.

20.

Se obtuvo análogamente:

25.

53.) 2-azido-4-etoxi-6-etilamino-1,3,5-triazina, punto de fusión 98-99° (ciclohexano), de la 2-etoxi-4-etilamino-6-cloro-1,3,5-triazina, punto de fusión 90-91° (hexa-



no).

54.) 2-azido-4-isopropilamino-6-metoxi-1,3,5-triazina

- 270 partes de 2,4-dicloro-6-metoxi-1,3,5-triazina se disuelven en 1500 partes en volumen de toluol. La solución se trata bajo agitación y en forma de gotas con 89 partes de isopropilamina y a continuación 360 partes de lejía de sosa (preparada de 60 partes de hidróxido sódico y 300 partes de agua). Mediante refrigeración con hielo se mantiene la temperatura por debajo a 20°.
5. La mezcla se agita a continuación a unos 20° hasta reacción neutra. La fase orgánica se separa, se seca sobre sulfato sódico exento de agua, se filtra y se evapora. El residuo es cristalizado en hexano; punto de fusión
10. 65-66°, (2-cloro-4-isopropilamino-6-metoxi-1,3,5-triazina).
15. 101 partes de 2-cloro-4-isopropilamino-6-metoxi-1,3,5-triazina se disuelven en 1500 partes en volumen de toluol seco y se tratan a +5° en forma de gotas con 175 partes de solución trimetilamínica 4-molar en toluol.
20. A continuación, la mezcla se mantiene durante unas 14 horas a temperatura ambiente. La sal cuaternaria que precipita, se filtra, se lava con toluol seco y se seca a temperatura ambiente en alto vacío.

- 30 partes de cloruro de 6-(2-isopropilamino-4-metoxi-1,3,5-triazinil)-trimetilamonio se disuelven en
- 25.



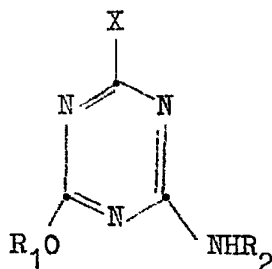
200 partes de agua. A esta solución se ceden bajo agitación, 20 partes de azida sódica.

El producto precipitado a continuación. La mezcla se calienta a 55° y luego se deja enfriar. La 2-azido-4-

5. isopropilamino-6-metoxi-1,3,5-triazina formada se filtra, se lava con agua y cristaliza en metanol-agua, punto de fusión 125-128°.

Análogamente se prepararon los compuestos siguientes:

10.



15.

306396

25



	R ₁	R ₂	X=Cl, punto de fusión	X=N ₃ , punto de fusión
55.)	metilo	n-propilo	64-65° (hexano)	73-74° (metanol-agua)
56.)	"	alilo	73-74° (")	102-103° (metanol)
57.)	"	n-butilo	punto de ebullición 114-116°/0,1 mmHg, punto de fusión 53-55°	63-64° (metanol-agua)
58.)	"	isobutilo	98-99° (hexano)	67-69° (metanol-agua)
59.)	"	sec.butilo	punto de ebullición 109-112°/0,3 mmHg	65-66° (metanol-agua)
60.)	"	gamma-metoxi-propilo	63-64° (hexano)	55-56° (hexano)
61.)	"	alfa, delta dimetil-pentilo	punto de ebullición 138-140°/0,3 mmHg	fluido, altamente viscoso
62.)	"	ciclohexilo	100-101° (ciclohexano)	131-132° (metanol)
63.)	n-propilo	metilo	103-104° (")	92-94° (metanol)
64.)	"	etilo	punto de ebullición 116-120°/0,2 mmHg, punto de fusión 64-65°	76-77° (")
65.)	"	n-propilo	punto de ebullición 132-135°/0,25 mmHg, punto de fusión 51-55°	61-63° (")
66.)	"	isopropilo	punto de ebullición 124-128°/0,45 mmHg	96-97° (")
67.)	"	isobutilo	punto de ebullición 146-150°/0,5 mmHg	77-78° (")
68.)	"	sec.butilo	punto de ebullición 130-133°/0,45 mmHg	40-41° (")
69.)	"	tercibutilo	punto de ebullición 118-123°/0,45 mmHg	fluido, altamente viscoso
70.)	isopropilo	etilo	80-81° (hexano)	83-85° (metanol)
71.)	"	n-propilo	71-72° (")	73-74° (")
72.)	"	isopropilo	85-86° (")	57-58°
73.)	"	n-butilo	73-75° (")	64-65° (metanol)

306396



R ₁	R ₂	X=Cl, punto de fusión	X=N ₃ , punto de fusión
74.) isopropilo	isobuti lo	93-95° (hexano)	99-100° (metanol)
75.) "	sec.bu- tilo	66-68° (")	91-92° (")
76.) alilo	etilo	punto de fusión 63-64°	70-71° "
77.) "	n-pro- pilo	142°/0,7; punto de fu- sión 49-51°	58-59° "
78.) "	isopro- pilo	107-110°/0,2	62-63° "
79.) "	alilo	121-128°/0,2, punto de fusión 42-43°	62-63° "
80.) "	isobu- tilo	128-132°/0,1	64-65° "
81.) "	sec.bu- tilo	118-120°/0,2	47-48° "
82.) n-butilo	etilo	122-124°/0,2, punto de fusión 65-68°	69-70° "
83.) "	n-pro- pilo	132-135°/0,07, punto de fusión 39-41°	54-55° "
84.) "	alilo	132-135°/0,28, punto de fusión 66-67°	64-65° "
85.) "	isobu- tilo	148-152°/0,5, punto de fusión 45-46°	76-77° "
86.) "	sec.bu- tilo	140°/0,3, punto de fu- sión 50-52°	61-62° "
87.) "	terci- butilo	134-136°/0,35	flúido
88.) isobutilo	isobu- tilo	132-135°/0,3, punto de fusión 64-65°	70-72° "
89.) "	sec.bu- tilo	117-119°/0,1	59-60° "
90.) beta-meto- xiutilo	isopro- pilo	121°/0,04	78-80° "



- 91.) 2-azido-4-dimetilamino-6-isopropoxi-1,3,5-triazina, punto de fusión 80-82° (metanol) de la 2-cloro-4-dimetilamino-6-isopropoxi-1,3,5-triazina, punto de fusión 105-107 (hexano).
5. 92.) 2-azido-4-ciclohexilamino-6-metoxi-1,3,5-triazina, 72,8 partes de 2-cloro-4-ciclohexilamino-6-metoxi-1,3,5-triazina se disuelven en 400 partes en volumen de dioxano y se tratan en forma de porciones con 15,2 partes de hidrato de hidrazina y a continuación con 10. 12 partes de hidróxido sódico, disuelto en 50 partes de agua. La mezcla se enfría de forma que la temperatura no se eleve por encima de 35° y a continuación se agita todavía durante 14 horas a temperatura ambiente. La mezcla se diluye con 500 partes en volumen de cloroformo y 15. se lava varias veces con agua. La solución se seca sobre sulfato sódico exento de agua, se filtra y se evapora. Se obtiene como residuo, la 2-ciclohexilamino-4-hidrazino-6-metoxi-1,3,5-triazina amorfa.
20. 23,8 partes de 2-ciclohexilamino-4-hidrazino-6-metoxi-1,3,5-triazina cruda se disuelven en 220 partes de ácido clorhídrico 1-n aproximadamente. A unos 0° se añade gota a gota una solución de 6,9 partes de nitrito sódico en 50 partes en volumen de agua hasta que el papel fuerte de yoduro potásico se tiñe, mediante una prueba, de color 25. azul.



El producto que precipita, se filtra, se lava con agua y cristaliza en metanol. Es idéntico al compuesto preparado según 62.).

5. 93.) 2-etilamino-4,6-diazido-1,3,5-triazina.

20 partes de azida sódica se disuelven en 125 partes de agua. A 0-5° se añaden gota a gota a esta solución, bajo buena agitación, 18,4 partes de cloruro de triclanógeno, disuelto en 70 partes en volumen de acetona.

10. La mezcla se agita todavía durante un corto tiempo. Una prueba del producto cristalino se filtra y cristaliza en alcohol. Punto de fusión 94-95°.

La dispersión preparada de 2-cloro-4,6-diazido-1,3,5-triazina se disuelve en 200 partes en volumen de toluol. Esta solución se trata con 6,8 partes de etilamina acuosa al 70% y se agita a 40-50°. Se echan en forma de porciones a la mezcla, a la misma temperatura y en 1/2 horas 50 partes en volumen de lejía de sosa 2-n. Se deja enfriar bajo agitación. La fase orgánica se separa, se seca sobre sulfato sódico exento de agua, se filtra y se evapora.

20. El residuo es cristalizado en metanol o ciclohexano, punto de fusión 122-124°.

En lugar de lejía de sosa también se puede utilizar una dosis equivalente de etilamina como aceptor de ácido clorhídrico. Luego se deja reaccionar a 40° hasta

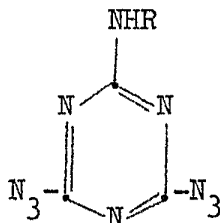
25.



que todavía está presente una dosis exigua de amina libre.

Se prepararon en forma análoga las 2-alquilamino-4,6-diazido-1,3,5-triazinas relacionadas en la siguiente tabla:

5.



10.

15.

20.

	R	Punto de fusión
94.)	metilo	167-168° (metanol)
95.)	n-propilo	134° (")
96.)	isopropilo	123-124° (")
97.)	alilo	114-115° (")
98.)	n-butilo	121-122° (")
99.)	isobutilo	115-116° (")
100.)	tercibutilo	69- 70° (éter de petróleo)
101.)	n-hexilo	77° (metanol)
102.)	beta-metoxietilo	118° (")
103.)	gamma-metoxipropilo	78- 79° (")
104.)	ciclohexilo	137-138° (")



Se prepararon igualmente:

- 105.) 2-dietilamino-4,6-diazido-1,3,5-triazina, punto de fusión 44-47° (ciclohexano).
5. 106.) 2,4-diazido-6-morfolino-1,3,5-triazina, punto de fusión 118-119° (acetona).
- 107.) 2,4-diazido-6-(beta-metilmercaptoetilamino)-1,3,5-triazina.
10. La 2,4-dicloro-6-(beta-metilmercaptoetilamino)-1,3,5-triazina puede prepararse según el método de J.T. Thurston et al. J. Amer. Chem. Soc. 73, 2981 (1963) a partir de cloruro de tricianógeno y beta-metilmercaptoetilamina. Punto de fusión 75-77° (en xilol-ciclohexano).
15. 35,9 partes de 2,4-dicloro-6-(beta-metilmercaptoetilamino)-1,3,5-triazina se tratan con 60 partes en volumen de acetona, 30 partes de azida sódica y 30 partes de agua y se agita durante 24 horas a 60°. Tras el enfriado se trata la mezcla con 100 partes de agua. El
20. producto cristalino se filtra, se lava con agua y cristaliza en metanol. Punto de fusión 95-96°.
- 108.) Se preparó análogamente a partir de la 2,4-dicloro-6-sec.butilamino-1,3,5-triazina, la 2,4-diazido-6-sec.butilamino-1,3,5-triazina. El producto cristaliza en frío de
25. hielo.



109. De la 2-etilamino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina se obtiene así la 2-etilamino-4,6-diazido-1,3,5-triazina. (idéntica con el producto nº 93.) obtenido a partir de la 2,4-diazido-6-cloro-1,3,5-triazina y etilamina).

5.

110.) 2-azido-4,6-di-metilmercapto-1,3,5-triazina

196 partes de 2,4-dicloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina se disuelven en 1000 partes en volumen de acetona y se tratan a 0-5º en forma de porciones con una mezcla de 75 partes de metilmercaptano y 107 partes de 2,6-lutidina.

La mezcla se conserva durante 2 horas a temperatura ambiente, luego durante 14 horas a 50º, se filtra y se evapora. El residuo se fija en 1000 partes en volumen de toluol, se lava con 150 partes de agua helada dos veces, se seca sobre sulfato sódico exento de agua, se filtra y se evapora. La 2-cloro-4,6-di-metilmercapto-1,3,5-triazina cruda obtenida es cristalizada en hexano. Punto de fusión 84-85º.

20. 21 partes de 2-cloro-4,6-di-metilmercapto-1,3,5-triazina, 15 partes de azida sódica, 75 partes en volumen de acetona y 50 partes de agua se agitan durante 24 horas a 60º. La mezcla se trata con 200 partes de agua. El producto cristalino se filtra, se lava con agua y cristaliza en acetona. Punto de fusión 117-118º.

25.

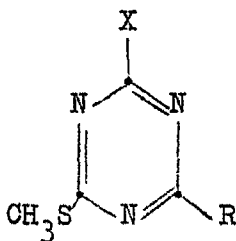


Análogamente a como se ha descrito arriba se hacen reaccionar cada vez 196 partes de 2,4-dicloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina con las siguientes dosis de mercaptanos y alcoholes:

- 5. 140 partes de isobutilmercaptano
- 50 partes de metanol
- 100 partes de isobutanol

Las 2-alkilmercapto- o bien alcoxi-4-metilmercapto-6-clorotriazinas obtenidas se hacen reaccionar, como se ha descrito anteriormente, con azida sódica. Se obtienen los compuestos siguientes:

15.



20.

	R	X=Cl, punto de fusión	X=N ₃ , punto de fusión
111.)	isobutilmercapto	punto de ebullición 128-130°/0,4 mmHg	flúido
112.)	metoxi	76-77°; punto de ebullición 125-128°/0,5 mmHg	70-71° (metanol)
113.) _n	isobutoxi	28-30°; punto de ebullición 135-137°/1,5 mmHg	flúido

25.



114.) 2,4-diazido-6-metoxi-1,3,5-triazina

36 partes de 2,4-dicloro-6-metoxi-1,3,5-triazina, disueltas en 70 cc de dioxano se ceden, bajo agitación, y en forma de gotas a unos 0° a 39 partes de azida sódica en 150 partes de agua. A continuación la mezcla se agita durante 1/2 horas a unos 20°. El aceite que precipita se fija en 200 partes en volumen de benceno, se seca y filtra. Lo filtrado se evapora a temperatura ambiente en el vacío de trompa de agua y se diluye con 100 partes en volumen de metanol. El producto se separa por cristalización a 0°. Punto de fusión 58-59°.

Se preparó en forma análoga a partir de la 2,4-dicloro-6-metilmercapto-1,3,5-triazina:

15.

115.) 2,4-diazido-6-metilmercapto-1,3,5-triazina.

Cristalizable en ciclohexano, punto de fusión 51-53°.

116.) 2,4-diazido-6-isobutoxi-1,3,5-triazina.

20. La mezcla agitada de 20 partes de 2,4-dicloro-6-isobutoxi-1,3,5-triazina, 20 partes de azida sódica y 50 partes en volumen de acetona se trata con 50 partes de agua. Se produce instantáneamente el calentamiento hasta 60°. A continuación se agita la mezcla, todavía durante 14 horas a temperatura ambiente.

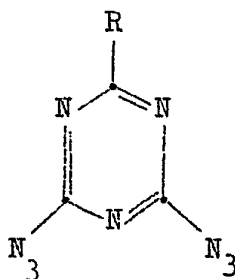
25.



El producto se fija en 100 partes en volumen de toluol y se lava dos veces con agua. La solución se evapora en vacío a 50° máximo. Se obtiene como residuo, la 2,4-diazido-6-isobutoxi-1,3,5-triazina, flúida y pura.

5. Análogamente se preparan de las 2-alcoxi- y 2-alkilmercapto-4,6-dicloro-1,3,5-triazinas correspondientes, las siguientes diazidas flúidas a temperatura ambiente:

10.



15.

11		R =	
117.) n-propoxi		126.) n-propilmercapto	
118.) isopropoxi		127.) isopropilmercapto	
119.) aliloxi		128.) n-butylmercapto	
120.) propargiloxi		129.) isobutilmercapto	
121.) gamma-cloropropoxi		130.) alilmercapto	
122.) n-butoxi			
123.) n-octiloxi			
124.) ciclohexiloxi			
125.) 2-metil- Δ^4 -ciclohexenil-metiloxi			

25.



Preparación de la 2,4-dicloro-6-(2'-metil- Δ^4 -ciclohexenil-metiloxi)-1,3,5-triazina requerida para el compuesto No. 125.).

- 184 partes de cloruro de triclorógeno se disuelven en 1000 partes en volumen de acetona. A esta solución se añade gota a gota y a 0°, la mezcla de 200 partes de 2-metil- Δ^4 -ciclohexenil-metilalcohol y 107 partes de 2,6-lutidina. La mezcla se conserva durante 14 horas a 50°, a continuación se enfría, se filtra y se evapora.
10. El residuo se disuelve en toluol y se lava con agua helada. La solución se seca sobre sulfato sódico exento de agua y se evapora. El producto líquido se destila. Punto de ebullición unos 140°/0,2 mmHg.

15. EJEMPLO 2.

- Se mezclaron, cada vez, 10 partes de uno de los compuestos de acuerdo con el ejemplo 1, con 20 partes de dimetilformamida y 10 partes de un producto de condensación de un compuesto aniónico tensioactivo, de preferencia sal cálcica o magnésica del ácido mono-lauril-bencen-monosulfónico con un compuesto no-ionógeno tensioactivo de preferencia un éter de polietilenglicol del éster mono-laurílico del ácido sórbico, y se diluyó con xilol a 100 cm³.
25. Se obtuvo una solución clara, que se utiliza como



concentrado de agente de pulverización y se dejó emulsio-
nar con agua mediante vertido.

EJEMPLO 3.

5.

A.) Se llenan en el invernadero, macetas con
tierra y se saturaron con los siguientes tipos de si-
mientos: Avena sativa, Setaria italica, Sinapis arvensis,
Lepidium sativum.

10.

El tratamiento preemergente se efectuó un día
después del sembrado, con caldos de rociado preparados
según el ejemplo 2, que contiene como materia activa el
compuesto según el ejemplo 1, nº 9. La dosis consumida
correspondió a 10 Kg de materia activa por hectárea.

15.

La valoración se efectuó 20 días después del tratamiento.

El tratamiento postemergente de los tipos de
plantas citados se efectuó en la misma forma, pero a
los 10 primeros días después del sembrado, en la fase de
la hoja 2-3.

20.

La dosis consumida correspondió a 5 kg de mate-
ria activa por hectárea. La valoración se efectuó 20
días después del tratamiento.

El resultado se muestra en la tabla siguiente:

306396



Plantas ensayadas	Preemergente	Postemergente
5. Avena sativa	10	10
Setaria italica	9	10
Sinapis arvensis	10	9
Lepidium sativum	10	10

10.

Coefficientes de valor: 0 = ninguna acción, 10 = plantas totalmente muertas.

B). En el invernadero se llenan macetas con tierra y se saturan con las semillas de las plantas reseñadas más abajo en la tabla.

15.

El tratamiento preemergente se efectuó 1 día después del sembrado con el caldo de rociado preparado según el ejemplo 2, que contiene como materia activa el compuesto según el ejemplo 1, nº 12. La dosis consumida corresponde a 4 kg/hectárea. La valoración se efectuó 20 días después del tratamiento.

20.

El tratamiento postemergente de los tipos de plantas citados se efectuó en la misma forma, pero a los diez primeros días después del sembrado, en la fase de la hoja 2-3. La dosis consumida correspondió a 4 kg de materia

25.



activa por hectárea. La valoración se efectuó 20 días después del tratamiento.

El resultado se muestra en la tabla siguiente:

5.

Plantas ensayadas	Tratamiento Preemergente	Tratamiento postemergente
Triticum	9	9
Hordeum	10	8
10. Sorghum sudanense	9	9
Panicum crus galli	10	10
Poa trivialis	10	10
Dactylis glomerata	10	10
Allium cepa	10	10
15. Beta vulgaris	10	10
Calendula chrysantha	10	10
Linum usitatissimum	10	10
Brassica rapa	10	10
Daucus carota	10	10
20. Lactuca sativa	10	10
Medicago sativa	10	10
Soja.max.	8	10
Phaseolus vulgaris	7	9



Coefficientes de valor: 0 = ninguna acción, 10 = plantas totalmente muertas.

Se alcanzaron resultados análogos, cuando los ensayos descritos arriba bajo B) se realizaron con

5. un caldo de rociado preparado de acuerdo con el ejemplo 2, conteniendo como materia activa, el compuesto de acuerdo con el ejemplo 1, nº 14.

10. Asimismo, los compuestos según el ejemplo 1, núms. 1, 3, 4, 5, 9, 11, 13 a 17, 24, 53, 96, 98 a 101, 104, 105 y 115 muestran acciones herbicidas desde buenas a muy buenas, bajo las condiciones de ensayo descritas arriba en A.) y B).

15. Acción selectiva contra las dicotiledóneas en la aplicación postemergente la muestran, por ejemplo los compuestos según el ejemplo 1 núms. 126 a 129.

E J E M P L O 4.

20. Los compuestos indicados en el ejemplo 1 como núms. 1.), 3.), 10.) y 115.) muestran una acción microbiciada buena, por ejemplo frente a mohos fitopatógenos. Así se dosificaron a una concentración de 0,2% de materia activa del 100% frente a la Septoria apii sobre apio, sin que se presentase un perjuicio perceptible de las plantas tratadas.
- 25.

306396



E J E M P L O 5.

2 partes de los compuestos citados a continuación se disolvieron cada uno en 100 partes de estireno

5. recién destilado.

2,4-diazido-6-n-propoxi-1,3,5-triazina

2,4-diazido-6-n-propilmercapto-1,3,5-triazina

2-etilamino-4,6-diazido-1,3,5-triazina

10. Se obtuvo una cuarta prueba de estireno sin ninguna adición. Todas las pruebas se mantuvieron a 110°. Después de 4 horas 15 minutos, las mezclas tratadas con los compuestos anteriores se solidifican en forma de gel, mientras que la prueba testigo todavía se
15. halla en estado líquido.

= . =

306396



1964

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas de patentes suizas núm. 14458/63, depositada el 26 de Noviembre de 1.963, 5. núm. 7326/64, depositada el 4 de Junio de 1.964 y núm. 13356/64, depositado el 14 de Octubre de 1.964, existiendo en todas ellas unidad de invención.

10. 1. Procedimiento para preparar antiparasitarios, en especial agentes herbicidas y microbicidas, caracterizado porque los antiparasitarios contienen como materia activa, un compuesto de la fórmula general



en la que

20. R₁ significa hidrógeno, un radical alifático con hasta 18 átomos de carbono, el grupo -CN, -SCN,

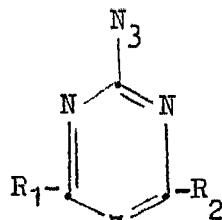


- o -ZX, en donde Z se halla para oxígeno o azufre y X se halla para un radical alifático, eventualmente sustituido con hasta 18 átomos de carbono o un radical cicloalifático de 5 a 7 miembros, de preferencia 6,
5. R_2 significa uno de los radicales indicados para R_1 o un radical de azida, un átomo de halógeno o el grupo $-N \begin{matrix} / A_1 \\ \backslash A_2 \end{matrix}$, en donde A_1 se halla para un radical alifático, eventualmente sustituido, con hasta 18 átomos de carbono,
10. un radical cicloalifático de 3 a 12 miembros, un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo inferior, A_2 se halla para hidrógeno o uno de los radicales indicados para A_1 o significa, junto con A_1 y el átomo de nitrógeno, un radical heterocíclico de 5 a 7, de preferencia de 6 miembros,
15. así como eventualmente todavía, por lo menos una de las
20. adiciones siguientes: disolventes, diluentes, dispersantes, adherentes, así como otros antiparasitarios, en especial herbicidas y fungicidas.
2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen como materia activa,
- 25.



un compuesto de la fórmula general

5.



10.

en la que

R₁ significa un radical alquilo inferior o el grupo -ZX, en donde Z se halla para oxígeno o azufre y X para un radical hidrocarburo alifático, saturado o insaturado, con hasta 8 átomos de carbono, un radical alcoxialquilo o cloroalquilo inferior o un radical cicloalifático de 6 miembros, sustituido eventualmente mediante grupos alquileno o bien alquilo inferiores,

15.

20.

R₂ significa uno de los radicales indicados para R₁, o un átomo de halógeno, en especial un átomo de flúor, cloro o bromo del radical azido o el grupo $-N \begin{matrix} \diagup A_1 \\ \diagdown A_2 \end{matrix}$, en donde

25.

A₁ se halla para un radical alquilo o alquenilo con hasta 18 átomos de carbono, un radical cicloalifático de 3 a 12 miem-



5. bros, un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo inferior y A₂ se halla para hidrógeno o un radical alquilo inferior o significa junto con A₁ y el átomo de nitrógeno, un radical heterocíclico de 6 miembros.

10. 3. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen como materia activa, un compuesto de la fórmula general



en la que

20. A₁ significa un radical alquilo o alquenilo con hasta 18 átomos de carbono o un radical cicloalifático de 3 a 12 miembros, o un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo inferior,

25. A₂ significa hidrógeno o un radical alquilo inferior o junto con el átomo de nitrógeno

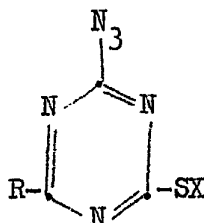
306396



y A₁ el radical morfolino y
 R significa un átomo de halógeno, en especial un átomo de cloro, flúor o bromo, un radical alquilo inferior o el radical azido.

5. 4. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen como materia activa, un compuesto de la fórmula general

10.



en la que

15.

X significa un radical alquilo o alquenilo con hasta 5 átomos de carbono, de preferencia el radical metilo y

R se halla para el grupo $-N \begin{cases} A_1 \\ A_2 \end{cases}$, en donde A₁

20.

significa un radical alquilo o alquenilo con hasta 18 átomos de carbono o un radical cicloalifático de 3 a 12 miembros, o un radical alcoxialquilo, hidroxialquilo, cianalquilo o alquiltioalquilo inferior, A₂ significa

25.

hidrógeno o un radical alquilo inferior,

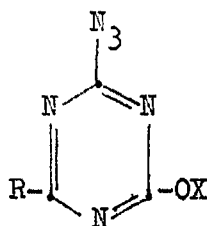


o junto con A₁ el radical piperidino o morfolino, o en donde R significa un radical azido, un radical alcoxi inferior, un átomo de halógeno, de preferencia un átomo de cloro o el radical mismo, como -SX.

5.

5. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen como materia activa, un compuesto de la fórmula general

10.



15.

en la que

X significa un radical hidrocarburo alifático, saturado o insaturado, con hasta 8 átomos de carbono, un radical alcoxialquilo inferior o átomos de cloro, un radical alcoxialquilo o cloroalquilo inferior, un radical ciclohexilo o alquilen-(alquilo)-ciclohexenilo y

20.

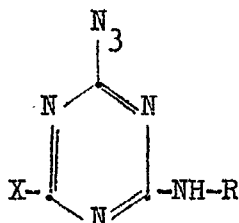
R significa el radical azido o el grupo $-\text{N} \begin{array}{l} \swarrow \text{A}_1 \\ \searrow \text{A}_2 \end{array}$, en donde A₁ se halla para un radical hidrocarburo alifático, saturado o insaturado con hasta 8 átomos de carbono, un radical al-

25.



coxialquilo inferior o un radical ciclohexilo y A₂ se halla para hidrógeno o un radical alquilo inferior.

- 5. 6. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes, en especial agentes herbicidas, contienen como materia activa, un compuesto de la fórmula general



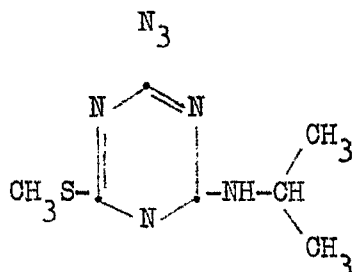
on la que

- 15. R significa un radical alquilo inferior o un radical alcoxialquilo inferior o el radical ciclohexilo, y
- X se halla para un átomo de cloro o los grupos CH₃-S-, CH₃-O-, o el radical azido.

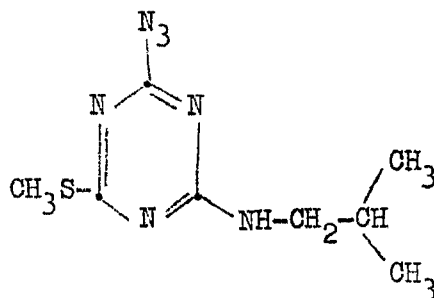
- 20. 7. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes, en especial agentes herbicidas, contienen como materia activa, el compuesto de la fórmula general



306396



8. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes, en especial agentes herbicidas, contienen como materia activa, el compuesto de la fórmula



9. Procedimiento para preparar antiparasitarios.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 52 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 de Noviembre de 1.964

CIBA SOCIETE ANONYME

p. a. JAIME ISERN

p. p. *[Handwritten signature]*

tr.: jg
c: mp.