

347 337

P.- 36.619

D 51.608 IVa/45 1

31 DIC. 1968

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER - SCHEIDEANSTALT
VORMALS ROESSLER

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt (Main),
República Federal Alemana

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE S-TRIAZINAS
SUSTITUIDAS" (Clase Internacional CO7c A01h)

29.12.68

31 Dic

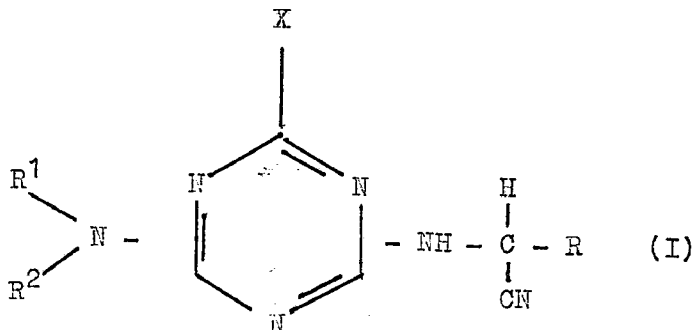


El invento concierne a nuevos compuestos, así como a su utilización en calidad de agentes para influir sobre el crecimiento de las plantas, en particular como herbicidas.

Se han hecho conocer agentes herbicidas, que contienen en calidad de componente activo una s-triazina, que en la posición 2 contiene un grupo azido o un grupo alcohilmercapto o un átomo de halógeno, y en la posición 4 muestran un grupo cianoalcohilamino (patentes belgas 656.233 y 644.355). Sin embargo, en estos compuestos el grupo ciano está unido con un átomo de carbono primario. Tales compuestos no alcanzan, sin embargo, la actividad de los mejores productos que se encuentra en el comercio.

Se ha encontrado ahora que las cianoalcohilamino-s-triazinas, que muestra la agrupación $\text{-NH-}\overset{\text{R}}{\text{C}}\text{-CN}$, se caracterizan por una actividad herbicida especialmente alta y selectiva, y se descomponen rápidamente en la tierra.

Los nuevos compuestos corresponden a la fórmula general



en la que X significa un átomo de halógeno, preferiblemente un átomo de cloro, un grupo alcoxi inferior, preferible



mente un grupo metoxi, un grupo alcoholmercapto inferior,
preferiblemente un grupo metilmercapto, un grupo $-N_3-$ o

un grupo $-N \begin{matrix} / R^1 \\ \backslash R^2 \end{matrix}$, en que R^1 y R^2 son iguales o distin-

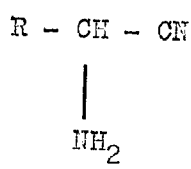
5

tos, y representan un átomo de hidrógeno, un grupo alco-
hilo o alqueno, recto o ramificado, inferior, eventual-
mente sustituido por grupos $-OH-$, $-OR^3-$, $-SR^3-$, $-CN-$ o por
átomos de halógeno, preferiblemente átomos de cloro, R^3
es un grupo alcoholo inferior, y R es un grupo alcoholo,
alqueno, aralcoholo o cicloalcoholo, recto o ramifica-
do, que eventualmente puede estar sustituido como R^1 y R^2 .

10

La preparación de estos compuestos puede
realizarse por ejemplo, haciendo reaccionar 1 mol de clo-
ruro cianúrico con 1 mol de un alfa-aminonitrilo de la fór-
mula general,

15



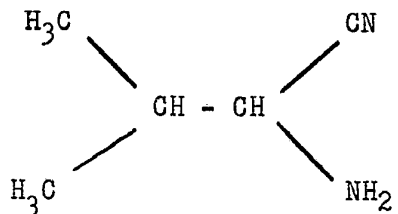
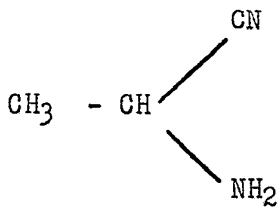
20

en presencia de 1 mol de un agente que fija HCl, por ejem-
plo NaOH, y subsiguientemente con 1 mol de amoníaco o
amina de la fórmula general NHR^1R^2 también en presen-
cia de 1 mol de NaOH. Se obtiene el alfa-aminonitrilo a
partir de los aldehidos según el procedimiento descrito
por Strecker. Nitrilos apropiados son, por ejemplo

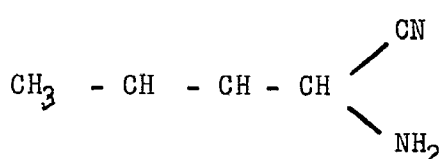
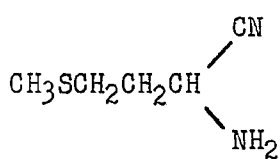
25



5



10



15

20

25

30

Se obtienen estos nitrilos, por ejemplo, si se trata un aldehido con ácido cianhídrico, eventualmente en presencia de un catalizador básico, para formar las correspondiente cianhidrinas, y se tratan entonces éstas con amoníaco, eventualmente en presencia de un disolvente. También se puede ejecutar este procedimiento realizando las reacciones indicadas en una única etapa, por ejemplo por tratamiento de un aldehido con ácido cianhídrico y amoníaco, o por ejemplo con cianuro de potasio, cloruro de amonio y amoniaco.

Según el método descrito, se obtienen, por ejemplo, 2-(alfa-ciano)-alcoholamino-4-alcoholamino-6-cloro-s-triazinas. A partir de estas cloro-triazinas se obtienen, por reacción con alcoholmercaptanos en presencia de un agente que fija ácidos, las correspondientes 6-alcoholmercaptotriazinas.

Se obtienen las 6-alcoxitriazinas con altos rendimientos, si se hace reaccionar la 6-clorotriazina con alcoholato de sodio en el alcohol correspondiente, a temperaturas elevadas, eventualmente bajo presión.



5 Las azidotriazinas del tipo reivindicado pueden ser preparadas por reacción de las halogenotriazinas con una azida de álcali o de amonio en dimetilformamida o sulfóxido de dimetilo, o a partir del correspondiente compuesto cuaternario por reacción con una de las azidas indicadas. Se pueden sintetizar las azidotriazinas a partir de las sales de las 6-hidrazino triazina y nitrito de sodio.

10 Los compuestos de acuerdo con el invento, por ejemplo la 2-etil-amino-4-(alfa-ciano)-etilamino-6-cloro-s-triazina, se caracterizan por sus superiores propiedades herbicidas, en parte muy selectivas, y pueden ser utilizados tanto en calidad de herbicidas para antes del brote como en calidad de herbicidas para después del brote. Ya en pequeña concentración son capaces de influir sobre el crecimiento de las plantas. Según el tipo de los sustituyentes R a R⁴, pueden servir para la extirpación o represión selectiva de malas hierbas entre plantas de cultivo, así como para la destrucción completa e inhibición del crecimiento de plantas indeseables.

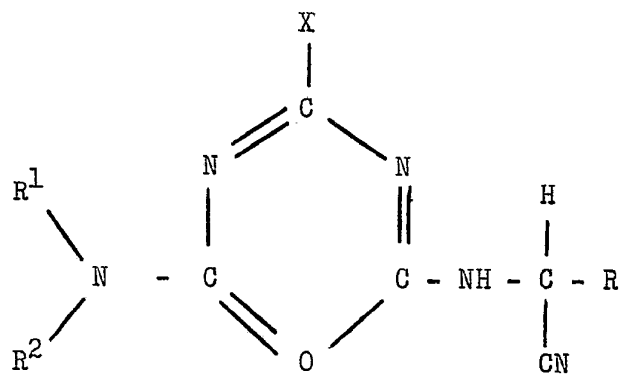
15 También se pueden utilizar los nuevos compuestos para la defoliación, la disminución de la carga de frutos, el retardamiento del florecimiento, etc. Pueden ser utilizados solos o en mezclas entre ellos o junto con otros herbicidas. También pueden ser empleados mezclados con insecticidas, fungicidas y fertilizantes.

25 Ejemplos de compuestos que corresponden a la fórmula general,



1968

5



son:

10

21-12-67

X	R ¹	R ²	R	Punto de fusión	Aspecto
Cl	H	H	CH ₃	198 - 200°C	cristales blancos
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	200 - 201°C	"
Cl	H	C ₂ H ₅	i-C ₃ H ₇	136 - 137°C	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	i-C ₃ H ₇	140 - 142°C	"
Cl	H	C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇	185°C	"
Cl	H	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ OCH ₃	CH ₃	131 - 132°C	"
OCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	94 - 95°C	"
OCH ₃	H	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -OCH ₃	CH ₃	87 - 88°C	"
SCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	79 - 81°C	"
OCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	94 - 95°C	"
N ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	86 - 87°C	"
N ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	91 - 92°C	"
N ₃	H	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ OCH ₃	CH ₃	104 - 105°C	"





Ya se han hecho conocer una serie de bis-
 alcahilaminotriazinas sustituidas. Algunas de ellas se han
 acreditado en la práctica como fuertes herbicidas, tal
 como por ejemplo la 2,4-bis-etilamino-6-clorotriazina, la
 2-etilamino-4-isopropilamino-6-clorotriazina, la 2-metil-
 amino-4-isopropil-amino-6-metilmercaptotriazina y la 2-
 etilamino-4-ter-butilamino-6-metilmercaptotriazina.

Estos compuestos contienen dos grupos ami-
 no con 1 a 4 átomos de carbono. Sin embargo, se descono-
 cen 2-amino-4-alcoholaminotriazinas con fuerte actividad
 herbicida.

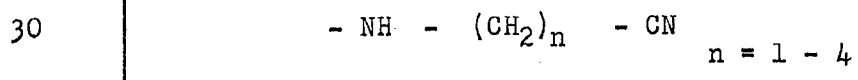
Todas las bis-alcoholaminotriazinas sus-
 tituidas o modificadas hasta ahora conocidas mostraban
 una fitotoxicidad más pequeña que las bis-alcoholamino-
 triazinas citadas, que se habían acreditado en la práctica.
 Esto se verifica tanto para los compuestos de cloromer-
 capto como para los compuestos alcoxi- y alcoholmercapto.

Por lo tanto, era sorprendente, y no se
 podía prevér, que las ciano-alcoholaminotriazinas que
 poseen, a) el grupo ciano en posición alfa con relación
 al grupo -NH, y b) en posición alfa otro sustituyente, y
 también muestran la agrupación característica -



superan en parte la actividad fitotóxica de los herbici-
 das ya conocidos, a base de triazina.

Los compuestos con la agrupación





Son , por el contrario, mucho más débilmente herbicidas.

5 Las bis-alcoholaminoclorotriazinas utilizadas hasta ahora en la práctica poseen en la tierra una alta persistencia, la cual, sin embargo es muy frecuentemente indeseable. En comparación con estos compuestos, las triazinas de acuerdo con el invento se descomponen en la tierra ya después de un período de tiempo relativamente corto.

10 Los compuestos, según la sustitución, desarrollan una sobresaliente actividad antes del brote y/o después del brote. En la mayor parte de los casos son cristalinos y muy bien solubles en muchos disolventes orgánicos. Esto los diferencia de las cloro-bis-alcoholaminotriazinas conocidas, que son muy difícilmente solubles en todos los disolventes usuales. Por lo tanto, las nuevas sustancias pueden ser pulverizadas muy bien, por medio de aviones, sobre los campos, disueltas en disolventes.

15 En calidad de disolventes para los nuevos compuestos se consideran por ejemplo: alcoholes, cetonas, hidcarburos, hidcarburos halogenados, por ejemplo cloronaftaleno, aceites minerales, tales como aceite Diesel, aceites vegetales o mezclas de las sustancias indicadas.

20 También se pueden utilizar los compuestos de triazina sobre vehículos sólidos. En calidad de tales se consideran todos los conocidos para ello, por ejemplo arcilla, caolín, Kieselgur o tierra de diatomeas, bentonita, talco, carbonato de calcio finamente desmenuzado, carbón de madera, serrín y similares.

25 Las sustancias activas pueden ser mezcla-



das con los vehículos en forma seca. Sin embargo, también se pueden pulverizar soluciones o emulsiones sobre los vehículos, o mezclarlas con estos y secar después la mezcla.

5 Para lograr una mejor adherencia de las sustancias activas sobre los vehículos, se pueden utilizar adhesivos conocidos, tales como cola, caseína, sales de ácido algínico y sustancias similares.

10 Finalmente, los compuestos de triazina, eventualmente junto con los vehículos, pueden ser mezclados con agentes de suspensión y estabilizadores, por ejemplo para formar una pasta o un polvo, y estos pueden ser agitados entonces con agua para formar una suspensión.

15 En calidad de agentes humectantes, emulgentes y estabilizadores se pueden utilizar materiales aniónicos, catiónicos o no ionógenos, conocidos, por ejemplo aceite de ricino sulfonado, sales de ácidos grasos, alcohilarilsulfonatos, alcohilsulfatos secundarios, sales de ácidos resínicos, polietilén-éteres de alcoholes
20 grasos, ácidos grasos o aminas grasas, compuestos de amonio cuaternarios, ácidos lignínsulfónicos, saponinas, gelatinas caseína, por si sólo o en mezclas entre ellos.

Ejemplo 1.

25 10 partes de 2-metilamino-4-(1-cianoetil)-amino-6-cloro-5-triazina, 89 partes de bentonita y 1 parte de un ácido silícico muy disperso, son molidas o trituradas en un molino de bolas hasta la finura del polvo. La mezcla puede ser utilizada como agente en polvo para
30 espolvorear.



Ejemplo 2.-

5 Una mezcla de 10 partes de 2-etilamino-4-(1-ciano-propil)-amino-6-metoxi-s-triazina y 90 partes de Kieselgur o tierra de diatomeas son molidas en un molino de bolas hasta la mayor finura posible. Puede ser utilizada en calidad de agente en polvo para espolvorear.

Ejemplo 3.

10 Se prepara una mezcla de 20 partes de 2-isopropilamino-4-(1-cianoetil)-amino-6-metilmercaptotriazina, 70 partes de clorobenceno y 10 partes de un octilfenilpoliglicoléter (a base de di-ter-butilfenol y 10 a 12 moles de óxido de etileno - Hostapal CV ^(R)). Este preparado proporciona con agua una dispersión estable.

Ejemplo 4.

20 Se disuelven 25 partes de 2-isopropilamino-4-(1-cianopropil)-amino-6-cloro-s-triazina en 150 partes de ciclohexanona, 15 partes de clorobenceno y 10 partes de un ácido naftalenodisulfónico sustituido por ejemplo Nekal BX ^(R). Esta mezcla proporciona con agua una emulsión estable.

25 Ejemplo 5.

Se disuelven 50 partes de 2-etilamino-4-(1-cianoetil)-amino-6-azido-s-triazina en 450 partes de queroseno. La mezcla puede ser pulverizada inmediatamente.

21-12-67



Ejemplo 6.

5 Para ensayar la actividad herbicida de los compuestos, se realizaron los siguientes experimentos:

a) tratamiento de la tierra después del brote.

10 En un invernadero mantenido a 21°C se introducen en la tierra con la azada diversas semillas. Después del brote, una dispersión, que se obtuvo por vertido de una solución del herbicida en las mismas partes de agua, es incorporada a la tierra. Después de dos semanas se comprueba si había disminuído el crecimiento, y en que extensión había disminuído.

15 b). Se procedió tal como se describe en el apartado a), pero con la diferencia de que la dispersión acuosa de la sustancia activa no es incorporada a la tierra, sino sobre las hojas.

20 Los resultados de los ensayos están contenidos en las subsiguientes tablas. El control o represión del crecimiento es evaluado según una escala, en que 0 significa crecimiento normal y 9 destrucción total de las plantas.

25 Como concentración de sustancia activa se utiliza 1 kg/Ha de los siguientes compuestos:

- I. 2-etilamino-4-(1-ciano-etil)-amino-6-cloro-s-triazina,
II. 2-isopropilamino-4-(1-cianoetil)-amino-6-cloro-s-triazina,

30
21-12-67



- 5
- III. 2-etilamino-4-cianometilamino-6-cloro-s-triazina
(sustancia de comparación),
 - IV. 2-etilamino-4-(2-cianoetil)-amino-6-cloro-s-tria-
zina (sustancia de comparación),
 - V 2,4-bis-etilamino-6-cloro-s-triazina (sustancia de
comparación).

21-12-67

Para el Apartado a)

Sustancia utilizada Cantidad utilizada Maiz Avena Lolium Perenne Judias Linaza Mostaza Remolacha azucarera

I	1	7	1	7	6	9	9	9	9
II	1	7	1	6	5	9	9	9	9
III (comparación)	1	0	0	0	1	4	5	5	1
IV (comparación)	1	0	0	0	3	6	7	7	1
V (comparación)	1	3	0	2	4	3	7	7	6





18

Ejemplo 7.

Una flora mixta joven de Lolium perenne, Digitaria sanguinalis, Alopecurus pratensis, Agropyron repens y plantago lanceolata fué pulverizada una sola vez con una emulsión al 0,5% de las siguientes sustancias:

- 1) 2-etilamino-4-(1-cianoetil)-amino-6-metoxi-s-triazina
- 2) 2-etilamino-4-(1-cianoetil)-amino-6-metilmercapto-s-triazina
- 3) 2-metilamino-4-(1-cianopropil)-amino-6-azido-s-triazina.

Después de 18 días, todas las plantas estaban destruídas.

Ejemplo 8.- En un matraz de fondo redondo 1 litro, con un agitador se introducen 184,5 g de cloruro cianúrico y 500 ml de acetona. La mezcla es enfriada hasta 0°C. Entonces se añaden por goteo a esta temperatura 73,5 g de alfa-alanino-nitrilo y subsiguientemente se añade una solución de 40 g de NaOH en 200 ml de agua.

Se retira la refrigeración, y la solución es hecha reaccionar, a una temperatura hasta de 40°C, con 91 g de $C_2H_5NH_2$, al 50% en agua y 40 g de NaOH en 200 ml de agua. La solución puede reaccionar solo de forma debilmente alcalina al final de la reacción.

Entonces se elimina o retira la acetona en vacio. Quedan como residuo cristales blancos, que son filtrados con succión, lavados y secados.

Cantidad: 210 g de 2-etilamino-4-(alfa-ciano)-etilamino-6-cloro-s-triazina, que corresponde a un rendimiento de 92,7% de la teoría. Cristales blancos, punto de fusión 174-175°C.



La sustancia puede ser preparada también mezclando cloruro cianúrico en primer lugar con etilamina y seguidamente con alfa-alanino-nitrilo.

5 Ejemplo 9.

Se disuelven 2,35 g de sodio en 100 ml de metanol, se añaden a esto 22,65 g de la clorotriazina preparada de acuerdo con el ejemplo 8, y se calienta la mezcla en un autoclave durante 3 horas hasta 110°C.

10 Después de la transformación o tratamiento se obtienen 18,9 g de la 2-etilamino-4-(alfa-ciano)-etilamino-6-metoxi-s-triazina deseada (= 85% de la teoría). Cristales Blancos, Punto de fusión 94 a 95°C.

15 Ejemplo 10.

Se disuelven 2,35 g de sodio en 150 ml de metanol y se introducen subsiguientemente 5,3 g de metilmercaptano gaseoso.

20 A esta solución se añaden 22,65 g de la clorotriazina preparada de acuerdo con el ejemplo 8.

La solución es hervida en baño de agua durante 5 horas bajo reflujo, subsiguientemente es concentrada por evaporación en vacío y es recogida en agua.

25 Se obtienen 21,2 g. de 2-etilamino-4-(alfa-ciano)-etilamino-6-metil-mercapto-s-triazina, correspondiente a un rendimiento de 88,3%. Punto de fusión 79 a 81°C.

30 También se obtiene este compuesto, si se hace reaccionar 2-metil-mercapto-4,6-diclorotriazina con alfa-alaninonitrilo en presencia de un aceptador de áci-



do y etilamina, y en presencia de una lejía, eventualmente en un disolvente, por ejemplo acetona. Rendimiento: 97,1% de la teoría.

5 Ejemplo 11.-

Se añaden 7 g de azida de sodio a 100 ml de isopropanol, y se añaden a esto 22,65 g de la clorotriazina preparada según el ejemplo 8, así como 3 g de trimetilamina (en forma de solución acuosa al 20%). La temperatura sube hasta aproximadamente 40°C. Se mantiene durante 3 horas, bajo agitación, a esta temperatura, y después se concentra por evaporación hasta sequedad.

10

El tratamiento proporciona la 2-etilamino-4-(alfa-ciano)-etilamino-6-azido-s-triazina con un rendimiento de 22,1 g, correspondiente al 94,8% de la teoría. Cristales blancos. Punto de fusión 91 a 92°C.

15

También se obtiene la sustancia si se trata la 2-etilamino-4-(alfa-ciano)etilamino-6-clorotriazina con azida de sodio en dimetilformamida a aproximadamente 100°C durante 6 horas, y se transforma de la manera usual. Rendimiento: 91,3% de la teoría.

20

Ejemplo 12.

Para ensayar la actividad herbicida, se utilizan compuestos del tipo reivindicado en forma de soluciones o suspensiones en una mezcla de las mismas partes de agua y acetona, que contiene además 1% de un agente de dispersión usual en el comercio y 2% de glicerina. Se tratan los siguientes tipos de plantas: maíz, trigo, lolium perenne, judías, linaza, mostaza y remolacha azucarera.

25

30

21-12-67



18

5

En el tratamiento de las hojas, los compuestos formulados son pulverizados, con la ayuda de un dispositivo pulverizador, sobre las hojas. El dispositivo utilizado hace posible pulverizar 1 ó 10 kg/hectárea de sustancia activa en un volumen de 630 litros/hora.

10

Para el tratamiento de la tierra después de la incorporación de la semilla las plantas de ensayo son plantadas en una tierra que se encuentra en cubetas de material sintético. El sembrado y el riego se verifican poco antes del tratamiento, simultáneamente con el tratamiento de las hojas, de forma que se utilizan las mismas cantidades de sustancia activa.

15

Al final de los períodos de experimentación (7 días en el tratamiento de las hojas y 11 días en el tratamiento de la tierra antes del brote), se comprueban u observan los resultados por observación visual. La acción fitotóxica es ordenada o evaluada en una escala de 0 a 9. En este caso, 0 significa ningún efecto y 9 significa destrucción total de las plantas. La fitotoxicidad en todos los siete tipos de plantas cuando se utiliza una concentración de sustancia activa de 1 kg/hectárea, está reproducida en las tablas siguientes conjuntamente con los datos que se refieren a la constitución del compuesto utilizado.

20

25



X	R ¹	R ²	R	Tratamiento de las hojas	Tratamiento del suelo
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	6,9	5,9
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	6,6	4,7
Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	6,9	5,6
Cl	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -n	7,4	4,3
Cl	H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,0	4,0
Cl	H	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -i	6,7	3,1
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	C ₃ H ₇ -i	7,3	3,0
N ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	6,0	4,3
N ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	6,9	3,6
SCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	7,7	5,1
OCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	7,4	6,0
OCH ₃	H	(CH ₂) ₂ OCH	CH ₃	6,1	4,3



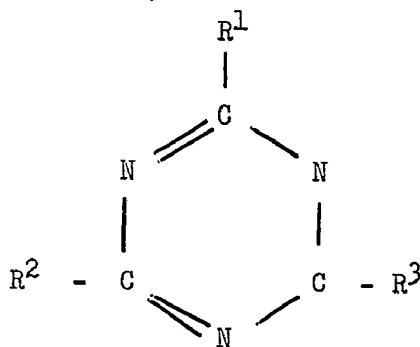
Comparación con compuestos de triazina de
acuerdo con el estado conocido de la técnica

21-12-67



Ejemplo 13.

Una flora mixta de maíz, trigo, cebada, algodón, *Digitaria sanguinalis*, *Plantago lanceolata*, *Cichorium envidia* (*Achicoria*) *Echinochloa crus-galli*, *Amaranthus retroflexus*, col, y remolachas azucareras fue tratada antes del brote con diversas triazinas, y fue comparada con un producto comercial. Se determinaron las cantidades de herbicida (en kg/hectárea) que son necesarias para destruir el 10%, 50% o 90% de las plantas. Como sustancia de comparación (V_1) se utilizó 2-etilamino-4-isopropilamino-6-cloro-s-triazina. Todos los compuestos corresponden a la fórmula general



Número	R ¹	R ²	R ³
V 1 (comparación)	Cl	NHC ₂ H ₅	NH—C ₃ H ₇ -i H NH—C—CN CH ₃
V 2	Cl	NHC ₂ H ₅	H NH—C—CN C ₂ H ₅ H
V 3	Cl	NHC ₂ H ₅	H NH—C—CN C ₂ H ₅ H
V 4	Cl	NHC ₂ H ₅	NH—C—CN C ₃ H ₇ -n
V 5	Cl	NHCH ₃	H NH—C—CN C ₃ H ₇ -i



V-Número Maiz Trigo Cebada Algodón Dig. Plant. Achicoria Echin. Amar Col. Remolacha azucarera

10 >5 0,22 0,28 3,4 0,28 < 0,2 < 0,2 < 0,2 < 0,2 < 0,2
 50 - 0,82 1,1 > 5 0,6 < 0,2 < 0,2 < 0,2 < 0,2 < 0,2
 90 - > 5 > 5 - 2,7 0,28 > 4,2 < 0,2 0,29 0,6

10 > 5 0,08 0,05 < 0,04 0,03 0,03 < 0,02 < 0,02 < 0,02
 50 - 0,27 0,08 < 0,04 0,07 0,04 0,12 < 0,02 < 0,02
 90 - 1,0 1,0 0,046 0,46 0,12 0,45 0,03 0,06

10 > 5 0,22 0,14 0,64 0,1 < 0,05 0,06 0,08 0,05 0,05
 50 - 0,7 0,44 1,6 0,14 0,1 0,13 0,14 0,06 0,05
 90 - > 2 1,4 > 2 0,19 0,3 0,34 0,23 0,11 0,11



V-Número	Maiz	Trigo	Cebada	Algodon	Dig. sang.	Plant lanc.	Achicoria	Echin	Amar	Col	Remolacha azucarera
V 4	10 > 5	0,12	0,48	1,7	0,11	0,1	< 0,11	0,15	< 0,09	< 0,11	< 0,11
	50 -	2,7	1,4	3,6	0,2	0,16	< 0,11	0,27	< 0,09	< 0,11	< 0,11
	90 -	> 4	> 4	> 4	0,36	0,26	0,14	0,5	2,3	0,18	0,14
V 5	10 > 5	< 0,12	0,11	1,5	0,2	0,2	< 0,11	0,14	< 0,09	< 0,11	< 0,11
	50 -	> 4	1,5	> 4	0,38	0,36	< 0,11	0,19	0,11	0,16	< 0,11
	90 -	-	> 4	-	0,7	0,46	0,14	0,62	0,26	0,25	< 0,11
V 6	10 > 5	0,12	0,21	0,85	< 0,09	0,1	< 0,11	< 0,11	< 0,09	< 0,11	< 0,11
	50 -	1,5	0,7	1,85	0,43	0,16	< 0,11	0,3	< 0,09	< 0,11	< 0,11
	90 -	> 4	2,4	4	2,2	0,24	0,16	1,2	0,15	0,25	0,16



1950



V-número	Maiz	Trigo	Cebada	Algodón	Dig. sang.	Plant. lanc.	Achicoria	Echin Amar.	Dol. azucarera	Remolacha
7	10	0,3	0,1	0,1	0,7	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	
	50	> 2	0,23	0,17	> 2	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	
	90	-	> 2	0,34	-	0,08	0,09		0,08	



F 8 ENF 1968

5 La Tabla muestra que, por ejemplo, los compuestos V_4 y V_5 poseen, con relación al preparado de comparación una selectividad significativamente más fuerte con relación a los tipos de cereales, tales como trigo y cebada, Además, hay que hacer observar que los compuestos V_2 y V_3 combaten mucho más fuertemente en comparación con el compuesto V_1 (de comparación), a las malas hierbas *Digitaria sanguinalis* y *Echinochloa crus-galli*, manteniendo la selectividad con relación al maíz.

10 Ejemplo 14.

Para ensayar la aptitud de los compuestos de acuerdo con el invento para descomponerse en la tierra, se procedió de la siguiente manera:

15 Un lodo secado con aire es llevado hasta un contenido de humedad de 20%. En cada 2 kg de este material se incorporan soluciones de las sustancias activas en 5 cm³ de acetona, en una concentración de 0,01 kg/hectárea. El material es almacenado en recipientes de material sintético cubiertos, a una temperatura constante de 21°C. En
20 lapsos de tiempo determinados se toman muestras y se incorporan en macetas, en las que inmediatamente se transplantan pláticulas de remolacha azucarera. Las macetas son regadas desde abajo y mantenidas a 21°C en un invernadero. La fitotoxicidad fué determinada una semana después del trasplante.

25 Para el compuesto 2-etilamino-4-(alfa-ciano)-etilamino-6-cloro-s-triazina se da un valor de acción de 50% de 2,5 semanas. En el producto comercial 2-etilamino-4-isopropilamino-6-cloro-6-triazina, este valor es de
30 6 semanas.



Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el día 22 de noviembre de 1.966 bajo el N^o D 51608 IVa/45 1, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

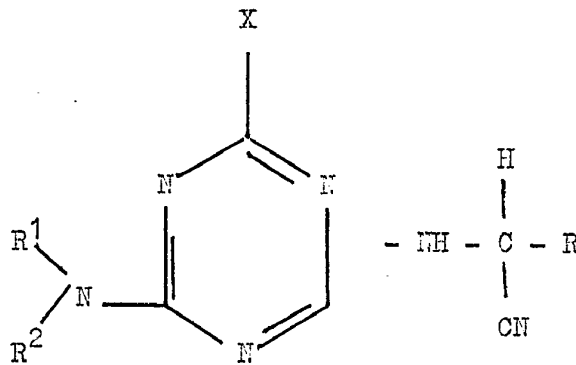
N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10

1.- Un procedimiento para la preparación de s-triazinas sustituidas de la fórmula general I

15



20

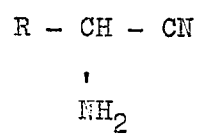
en la que X significa un átomo de halógeno, preferiblemente un átomo de cloro, un grupo alcoxi inferior, preferiblemente un grupo metoxi, un grupo alcoholmercapto inferior, preferiblemente un grupo metilmercapto, un grupo

25



-N₃-, o un grupo -N $\begin{matrix} / & R^1 \\ & \backslash \\ & R^2 \end{matrix}$, en que R¹ y R² son iguales

o distintos y representan un átomo de hidrógeno, un grupo alcohol o alqueno recto o ramificado, inferior, eventualmente sustituido por grupos -OH-, -OR³, SR³, -CN ó átomos de halógeno, preferiblemente átomos de cloro, R³ es un grupo alcohol inferior, y R es un grupo alcohol, alqueno, aralcohol o cicloalcohol recto o ramificado, que eventualmente puede estar sustituido igual que R¹ y R², caracterizado porque se hace reaccionar cloruro cianhídrico con al menos cantidades equimolares de un alfa-aminonitrilo de la fórmula general



en presencia de al menos un mol de un agente fijador del cloruro de hidrógeno, preferiblemente NaOH, y porque el producto de reacción obtenido, eventualmente después de aislamiento intermedio, se hace que siga reaccionando en presencia de al menos un mol de un agente fijador del cloruro de hidrógeno con al menos un mol de amoníaco o amina de la fórmula general NHR¹R² y eventualmente el átomo de cloro situado en posición 6 se hace que reaccione con un alcoholmercaptano en presencia de un agente fijador de ácido o con alcoholato alcalino en presencia del alcohol correspondiente a temperaturas elevadas y eventualmente bajo presión elevada, o bien con una azida de álcali o de amonio en dimetilformamida o en sulfóxido de dimetilo, o



eventualmente se cuaterniza el átomo de cloro situado en posición 6 con trimetilamina y luego se le hace reaccionar con una azida de álcali o de amonio, o se reemplaza el átomo de cloro situado en posición 6 por un grupo hidrazino y se trata este grupo con nitrito sódico.

2.- Un procedimiento para la preparación de s-triazinas sustituidas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y tres hojas escritas a máquina por una sola cara.

31 DIC. 1968

Madrid,

P.A.

29.12.68

...BDG/.