

360803

28



PATENTE DE INVENCION

O.Z. 25 248.

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de derivados de triazina"

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en: 6700 Ludwigshafen,
República Federal Alemana.

La presente invención se refiere a derivados de triazina nuevos y valiosos así como a mezclas herbicidas que contienen estos compuestos.

Es conocido el emplear triazinas 2,4,6-substituidas, especialmente la 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-

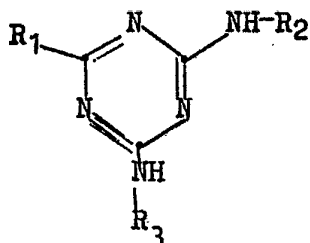
5.



triazina, como sustancias activas herbicidas (véase la patente alemana número 1 011 904), Su acción no satisface, sin embargo, en muchos respectos.

Encontróse que las triazinas 2,4,6-substituidas

5. de fórmula general:



10. en donde R₁ es un átomo de cloro o bromo, un grupo ciano, metoxi o tiometilo, R₂ representa un radical alcoxialquilo alifático inferior con un máximo de 6 átomos de carbono o un radical alquiltioalquilo inferior, y R₃ significa un radical alquiltioalquilo inferior o un radical alcoxialquilo inferior o un átomo de cloro, poseen una compatibilidad mejor con las plantas de cultivo o bien producen un efecto herbicida más fuerte que los compuestos conocidos.

15. inferior o un átomo de cloro, poseen una compatibilidad mejor con las plantas de cultivo o bien producen un efecto herbicida más fuerte que los compuestos conocidos.

Sobre estas triazinas substituidas no existen, hasta el presente, publicaciones algunas.

20. Los compuestos objeto de la presente invención pueden obtenerse, por ejemplo, haciendo reaccionar, en etapas sucesivas a temperaturas diferentes -cloruro o bromuro de cianurilo con las aminas correspondientes en presencia de agentes aceptores de hidruros de halógeno. -

25. La sustitución eventualmente deseada del tercer átomo de halógeno en la triazina puede realizarse, por ejemplo, por medio de la reacción con metilato, metilmercaptopuro ó cianuro de sodio.

30. 189 partes en peso de cloruro de cianurilo se disuelven en 600 partes en peso de acetona y se mezclan, a



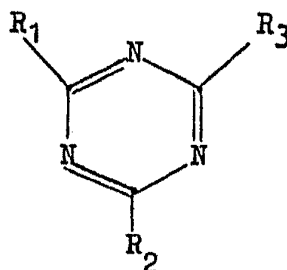
- una temperatura comprendida entre -10° y -20°C , gota a gota con 90 partes en peso de amina etilica. A continuación, se agita la mezcla de reacción aún por una hora a -10° hasta -20°C , para luego filtrar por succión el hidrocloreto de etilamina precipitado y separar del filtrado, en el vacío, el disolvente. El residuo cristalino se recrystaliza en ciclohexano. Se obtienen 189 partes en peso de 2,4-dicloro-6-etilamino-1,3,5-triazina; punto de fusión: $103 - 105^{\circ}\text{C}$.
- 5.
10. 29 partes en peso de 2,4-dicloro-6-etilamino-1,3,5-triazina se disuelven en 200 partes en peso de acetona y se mezclan a una temperatura comprendida entre 20 y 30°C , con la ayuda de dos dispositivos cuentagotas, simultáneamente con 13,2 partes en peso de α -metil- β -metoxietilamina y una disolución de 6 partes en peso de hidróxido sódico en 20 partes en peso de agua. A continuación, se agita la mezcla de reacción durante un tiempo relativamente prolongado a temperatura ambiente (20°C) para luego filtrar la mezcla de reacción y eliminar del filtrado, en el vacío, el disolvente. El residuo cristalino se recrystaliza en ciclohexano. Se obtienen 24 partes en peso de 2-cloro-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina; punto de fusión: 96°C .
- 15.
- 20.

- De entre las sustancias activas objeto de la presente invención, se citan a continuación, a título de ejemplo, las siguientes:
- 25.

- 2-cloro-4-isopropilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina; punto de fusión: $124 - 125^{\circ}\text{C}$;
- 2-cloro-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina; punto de fusión: 96°C ;
- 30.



- 2-cloro-4-metilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina; punto de fusión: 129 - 130°C;
- 2-tiometil-4-etilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina; punto de fusión: 109 - 110°C;
5. 2-(α -metil- β -metoxietil)-amino-4-(γ -metoxipropil)-amino-6-cloro-s-triazina; punto de fusión: 76 a 78°C;
- 2-(α -metil- β -metoxietil)-amino-4-(γ -metoxipropil)-amino-6-metoxi-s-triazina; p.e._{0,05}: 186 - 189°C;
- 2-(α -metil- β -metoxietil)-amino-4-etilamino-6-tiometil-s-triazina; p.e._{0,1}: 162°C;
10. 2-(α -metil- β -metoxietil)-amino-4-(γ -metoxipropil)-amino-6-tiometil-s-triazina; p.e._{0,08}: 191 - 193°C;
- 2,4-bis-(α -metil- β -metoxietil)-amino-6-metoxi-s-triazina; p.e._{0,1}: 181 - 184°C;
15. 2,4-bis-(α -metil- β -metoxietil)-amino-6-cloro-s-triazina; p.e._{0,01}: 178 - 180°C;
- 2,4-bis-(α -metil- β -metoxietil)-amino-6-tiometil-s-triazina; p.e._{0,5}: 197 - 201°C;
- 2-(α -metil- β -metoxietil)-amino-4-etilamino-6-metoxi-s-triazina; p.e._{0,4}: 168 - 170°C;
20. 2-(α -metil- β -metoxietil)-amino-4-metilamino-6-tiometil-s-triazina; p.e._{0,2}: 173 - 175°C;
- 2-(α -metil- β -metoxietil)-amino-4-iso-propilamino-6-metoxi-s-triazina; p.e._{0,2}: 148 - 150°C;



R_1	R_2	R_3	Punto de fusión	Punto e.
Cl	$\text{-NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	$\text{NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-S-CH}_3$	65 - 67 ^o	
Cl	$\text{NH-C}_2\text{H}_5$	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	67 - 68 ^o	
Cl	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$		
Cl	NH-CH_3	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	97 - 98 ^o	
Cl	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	$\text{NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_3$		
Cl	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_3$	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_3\text{H}_7$	88 - 89 ^o	
Cl	$\text{NH-C}_2\text{H}_5$	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_3\text{H}_7$	63 - 66 ^o	
$\text{CH}_3\text{-S-}$	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	p.e. _{0,2} : 186-87 ^o C	
$\text{CH}_3\text{-S-}$	NH-CH_3	$\text{NH-CH(CH}_3\text{)CH}_2\text{-O-C}_2\text{H}_5$	p.e. _{0,2} : 162 - 66 ^o C	



Cl	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-O-CH}_3$	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5$	64 - 66 ^o
CH ₃ -O-	NH-C ₂ H ₅	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-O-C}_3\text{H}_7$	p.e. 0,1 := 158-61 ^o C
CH ₃ -O-	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array}$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-O-C}_3\text{H}_7$	p.e. 1,3 := 178-84 ^o C
CH ₃ -S-	NH-C ₂ H ₅	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-O-C}_3\text{H}_7$	p.e. 0,4 := 182-84 ^o C
CH ₃ -S-	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array}$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-O-C}_3\text{H}_7$	p.e. 0,4 := 175-76 ^o C
Cl	NH-CH ₂ -CH ₂ -S-CH ₃	NH-CH ₂ -CH ₂ -S-CH ₃	200-201 ^o
Cl	NH-CH ₂ -CH ₂ -S-C ₂ H ₅	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-O-C}_3\text{H}_7$	38 - 39 ^o
Cl	NH-C ₂ H ₅	NH-CH ₂ -CH ₂ -S-CH ₃	175-176 ^o
Cl	NH-CH ₂ -CH ₂ -S-C ₂ H ₅	NH-CH ₂ -CH ₂ -S-C ₂ H ₅	194-195 ^o
Cl	NH-CH ₂ -CH ₂ -S-C ₂ H ₅	NH-C ₂ H ₅	173-174 ^o
Cl	NH-C ₂ H ₅	$\text{NH}-\text{CH}_2 \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-S-C}_2\text{H}_5$	108-109 ^o
Cl	NH-CH ₃	$\text{NH}-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2 \end{array} \text{-S-C}_2\text{H}_5$	120-121 ^o



Cl	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_3 \end{matrix}$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5$	88-89 ^o
Cl	$\text{NH}-\text{C}_2\text{H}_5$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{S}-\text{CH}_3$	120-123 ^o
$\text{CH}_3-\text{S}-$	$\text{NH}-\text{C}_2\text{H}_5$	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{S}-\text{CH}_3$	p.e. 1,8 = 218-220 ^o C
Cl	$\text{NH}-\text{CH}_3$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5$	120-121 ^o
Cl	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_3 \end{matrix}$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{S}-\text{CH}_3$	
Cl	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_3$	Cl	74- 76 ^o
Cl	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{O}-\text{CH}_3$	Cl	89- 91 ^o
Cl	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_3$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5$	59- 62 ^o
Cl	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_3$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{S}-\text{CH}_3$	66- 71 ^o
Cl	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_3$	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{O}-\text{C}_2\text{H}_5$	
CH_3-S	$\text{NH}-\text{CH} \begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{CH}_2 \end{matrix} -\text{O}-\text{CH}_3$	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_3$	p.e. 0,2 = 202-203 ^o
$\text{CH}-\text{S}-$	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5$	$\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5$	p.e. = 245-47 ^o



En los ejemplos, se citan otras sustancias activas más del tipo objeto de la presente invención.

5. Los nuevos compuestos pueden aplicarse como herbicidas en forma de disoluciones, emulsiones, suspensiones o en forma de polvo. La forma de aplicación más apropiada depende de la finalidad del empleo de los compuestos, siendo, sin embargo importante que esté asegurada la fina repartición de la sustancia activa.

10. Como agentes auxiliares para obtener disoluciones directamente pulverizables, entran en consideración las fracciones de aceites minerales de punto de ebullición mediano hasta elevado, por ejemplo queroseno o aceite Diesel, como asimismo aceites de alquitrán de hulla y aceites de procedencia vegetal o animal, además de hidrocarburos
15. cíclicos, tales como tetrahidronaftalina, y naftalinas alquiladas.

Las formas de aplicación acuosas pueden prepararse a partir de concentrados de emulsión, pastas ó polvos humectables (polvos pulverizables), a los que se añade agua.
20. Para obtener emulsiones, las sustancias pueden homogeneizarse en agua en su forma original o en forma disuelta en un disolvente, mediante humectantes o dispersantes (por ejemplo productos de adición a óxido de polietileno). Existe también la posibilidad de preparar, a partir de la
25. sustancia activa, un emulgente ó dispersante, y eventualmente un disolvente, concentrados diluibles con agua.

Para obtener los productos en forma de polvo, las sustancias activas se mezclan o se muelen junto con una carga sólida, por ejemplo arcilla, tierra de infusorios, ó
30. también abonos.



En los ejemplos siguientes se explica en detalle la aplicación de los nuevos compuestos objeto de la presente invención.

EJEMPLO 1.

- 5. En el invernadero se introdujo arena arcillosa en macetas de plástico de 8 cm de diámetro y se sembraron en ésta tierra semillas de cebada (*hordeum vulgare*), trigo (*triticum sativum*), maiz (*zea mays*), espiguilla anual (*poa annua*), alopecuro (*alopecurus myosuroides*), ortiga menor (*urtica urens*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), cenizo (*chenopodium album*), veza (*vicia sp.*), camomila (*matricaria chamomilla*) y pamplina de canarios (*stellaria media*).
- 10. A continuación, la tierra se trató con 2-cloro-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina (I) y, a título de comparación, con 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-triazina (II).
- 15.

La dosis de aplicación ascendió en ambos casos a 1,5 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 litros de agua.

- 20. Cuatro a cinco semanas después, se constató que el compuesto I posee una compatibilidad mejor con cebada (*hordeum vulgare*) y trigo (*triticum sativum*) y produce a la vez un efecto herbicida más fuerte que el compuesto II. En la tabla siguiente se indican los resultados obtenidos.

25.	<u>Substancia activa</u>	<u>I</u>	<u>II</u>
	Cebada	10	20-30
	Trigo	10	20
	Maiz	0-10	0-10
	Espiguilla anual	90	80
	Alopecuro	80	70
	Ortiga menor	100	90-100
	Mostaza silvestre	100	90
	Cenizo	90-100	80-90
30.	Veza	90-100	80
	Camomila	90	80-90
	Pamplina de canarios	90-100	80-90

0 = Sin efecto perjudicial
100 = Destrucción total



EJEMPLO 2.

Las plantas cebada (*hordeum vulgare*), trigo (*triticum sativum*), maiz (*zea mays*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), ortiga menor (*urtica urens*), cenizo (*chenopodium*), camomila (*matricaria chamomilla*), pamplina de canarios (*stellaria media*), espiguilla anual (*poa annua*) y alopecuro (*alopecurus myosuroides*) se trataron en el invernáculo, a una altura de crecimiento de entre 3 y 17 cm, con 2-cloro-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina (I), y a título de comparación, con 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-triazina (II), en dosis de aplicación de 1,5 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 litros de agua.

Tres semanas después, se mostró que el compuesto I es más compatible con cebada (*hordeum vulgare*) y trigo (*triticum sativum*) y que a la vez produce un efecto herbicida sobre las malas hierbas más fuerte que el compuesto II. En la tabla siguiente se indican los resultados obtenidos.

Substancia activa	I	II
Cebada	0-10	20-30
Trigo	10	20-30
Maiz	0	0-10
Mostaza silvestre	100	90-100
Ortiga menor	90-100	90-100
Cenizo	90-100	90-100
Camomila	90	80-90
Pamplina de canarios	90-100	90
Espiguilla anual	90-100	90
Alopecuro	90	80

0 = Sin efecto perjudicial

100 = Destrucción total.



EJEMPLO 3.

En el invernadero se sembraron en arena arcillosa semillas de mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), ortiga menor (*urtica urens*), cenizo (*chenopodium album*), camomila (matricaria chamomila), pamplina de canarios (*stellaria media*), espiguilla anual (*poa annua*) y alopecuro (*alopecurus myosuroides*); a continuación, se trató la tierra con 2-cloro-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina (I) y comparativamente, con 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-1,3,5-triazina (II), en dosis de 5 kg/hectárea de substancia activa dispersada en 500 litros de agua por hectárea. Cuatro a cinco semanas después, se constató que el compuesto I produce un efecto herbicida más fuerte que el compuesto II.

15. EJEMPLO 4.

Un campo experimental cubierto de mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), ortiga menor (*urtica urens*), cenizo (*chenopodium album*), camomila (*matricaria chamomilla*), pamplina de canarios (*stellaria media*), espiguilla anual (*poa annua*) y alopecuro (*alopecurus myosuroides*) se trató, en el momento de haber alcanzado las plantas una altura de crecimiento de entre 3 y 12 cm, con 2-cloro-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina (I) y, a título de comparación, con 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-1,3,5-triazina (II), en dosis de cada vez 5 kg/hectárea de substancia activa dispersada en 500 litros de agua por hectárea. Una a dos semanas después se comprobó que el compuesto I es más rápido en producir un efecto herbicida sobre las malas hierbas de hojas anchas y de hojas estrechas que el compuesto II; al cabo de 4 a 8 semanas, todas las plantas resulta-



ron casi completamente destruidas.

El mismo efecto biológico que el compuesto I de los ejemplos 1,2,3 y 4, lo producen las sustancias activas siguientes:

5. 2-cloro-4-isopropilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
2-tiometil-4-isopropilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
2-metoxi-4-isopropilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
10. 2-cloro-4-terc,-butilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
2-cloro-4,6-bis-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
15. 2-cloro-4-metilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
2-bromo-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
2-ciano-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
20. 2-cloro-4-metoxietilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
2-cloro-4- γ -metoxipropilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina;
25. 2-metoxi-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina.
2-tiometil-4-etilamino-6-(α -metil- β -metoxietil)-amino-1,3,5-triazina.

EJEMPLO 5.

30. En el invernadero, se introdujo arena arcillosa



- en macetas de plástico de 8 cm de diámetro y luego se sembraron en la tierra semillas de cebada (*hordeum vulgare*), trigo (*triticum sativum*), espiguilla anual (*poa annua*), cenizo (*chenopodium album*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), ortiga menor (*urtica urens*), pamplina de canarios (*stellaria media*) y camomila (*matricaria chamomilla*); el mismo día, se trató la tierra con 2-tiometil-4-etilamino-6-(3-metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina (I), y comparativamente, con 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-1,3,5-triazina (II), en dosis de cada vez 2 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 litros de agua.

- Cuatro a cinco semanas después, las malas hierbas mono y dicotiledóneas resultaron casi completamente destruidas; el compuesto I posee, sin embargo, una compatibilidad mejor con la cebada (*hordeum vulgare*) y el trigo (*triticum sativum*) que el compuesto II.

EJEMPLO 6.

- Las plantas cebada (*hordeum vulgare*), trigo (*triticum sativum*), maíz (*zea mays*), espiguilla anual (*poa annua*), alopecuro (*alopecurus myosuroides*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), cenizo (*chenopodium album*), ortiga menor (*urtica urens*), pamplina de canarios (*stellaria media*) y camomila (*matricaria chamomilla*) se trataron en el invernadero, a una altura de crecimiento de entre 3 y 18 cm, con 2-tiometil-4-etilamino-6-(3-metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina (I) y, a título de comparación, con 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-1,3,5-triazina (II), en dosis de cada vez 1,5 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 litros de agua por hectárea. Tres semanas después se mostró que el compuesto I produce menos daño en la cebada



(hordeum vulgare) y el trigo (triticum sativum) que el compuesto II y a la vez posee una eficacia herbicida más fuerte sobre las malas hierbas que el producto II.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla siguiente:

5.-

<u>Substancia activa</u>	<u>I</u>	<u>II</u>
Cebada	0-10	20-30
Trigo	10	20-30
Máiz	0-10	0-10
Espiguilla anual	90-100	90
Alopecuro	90	80
Mostaza silvestre	100	90-100
Cenizo	100	90-100
10. Ortiga menor	90-100	90-100
Pamplina de canarios	90-100	90
Camomila	90-100	80-90

0 = Sin efecto perjudicial

100 = Destrucción total

15.

EJEMPLO 7.

Sobre un campo experimental en el que habían sido introducidas semillas de espiguilla anual (*poa annua*), alopecuro (*alopecurus myosuroides*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), cenizo (*chenopodium album*), ortiga menor (*urtica urens*), pamplina de canarios (*stellaria media*) y camomila (*matricaria chamomilla*) se pulverizaron, el mismo día de la siembra, 5 kg/hectárea de la substancia activa 2-tiometil-4-etilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina, dispersada en 500 litros de agua por hectárea.

20.

25.

Cuatro a cinco semanas después, todas las plantas resultaron destruidas.

EJEMPLO 8.

Sobre un campo experimental cubierto de espiguilla anual (*poa annua*), alopecuro (*alopecurus myosuroides*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), cenizo (*chonopodium*

30.



- album), ortiga menor (*urtica urens*), pamplina de canarios (*stellaria media*) y camomila (*matricaria chamomilla*) se pulverizó, en el momento de haber alcanzado las plantas una altura de crecimiento de entre 3 y 18 cm, el compuesto 2-tiometil-4-etilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina (I) y comparativamente, el compuesto 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-1,3,5-triazina (II), ambos en dosis de 5 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 litros de agua por hectárea.
- 5.
10. Ocho a diez días después, las malas hierbas de hoja ancha y de hoja estrecha tratadas con el compuesto I mostraron señales de daño más marcadas que las tratadas con la sustancia activa II; al cabo de 3 a 4 semanas, casi todas las plantas resultaron completamente destruidas.
15. La misma eficacia biológica que el compuesto I de los ejemplos 5,6,7 y 8, la tienen las sustancias activas siguientes:
- 2-tiometil-4-isopropilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina;
20. 2-cloro-4-etilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina;
- 2-cloro-4-isopropilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina;
- 2-ciano-4-isopropilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina;
25. 2-cloro-4-metilamino-6-(β -metiltioetil)-amino-1,3,5-triazina.



EJEMPLO 9.

- En macetas de ensayo se introdujo arena arcillosa, en la cual se sembraron semillas de maiz (*zea mays*), cebada (*hordeum vulgare*), trigo (*triticum sativum*) espiguilla anual (*poa annua*), alopecuro (*alopecurus myosuroides*), cenizo (*chenopodium album*), ortiga menor (*urtica urens*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), veza (*vicia sp.*) camomila (*matricaria chamomilla*), pamplina de canarios (*stellaría media*); a continuación, la tierra se trató con
5. 2-etilamino-4-propoxiisopropilamino-6-cloro-s-triazina (A),
10. 2-isopropil-amino-4-propoxiisopropilamino-6-cloro-s-triazina (B), 2-isopropilamino-4-propoxi-isopropilamino-6-metoxi-s-triazina (C), 2-etilamino-4-propoxi-isopropilamino-6-metoxi-triazina (D), 2,4-bis-(etoxiisopropilamino)-6-
15. metilmercapto-s-triazina (E) y 2-etilamino-4-etil-mercapto-isopropilamino-6-cloro-s-triazina (F), en dosis de cada vez 1,5 kg/hectárea de substancia activa dispersada en 500 litros de agua por hectárea.

Los resultados obtenidos al cabo de 4-5 semanas se indican en la tabla siguiente:

20.



Substancia activa

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>
Maiz	0-10	0-10	0	0	0-10	0-10
Cebada	10	0-10	0-10	0-10	0-10	0-10
Trigo	10	0-10	0-10	10	0-10	0-10
Espiguilla anual	80-90	80	80	80	80	80
Alopecuro	80	80	80	70-80	70-80	70-80
Ortiga menor	90-100	90-100	90-100	90-100	90-100	90-100
Mostaza silvestre	100	90-100	90-100	90-100	90	90
Cenizo	90-100	90-100	90-100	90	90	90
Veza	90	80-90	80	80	80	80
Camomila	90	80-90	80-90	80	80	80
Pamplina de canarios	100	90-100	90	90	80-90	90

0 = Sin efecto perjudicial

100 = Destrucción total



EJEMPLO 10.

En el invernadero, las plantas cebada (*hordeum vulgare*), trigo (*triticum sativum*), maiz (*zea mays*), ortiga menor (*urtica urens*), cenizo (*chenopodium album*), camomila (*matricaria chamomilla*), pamplina de canarios (*stellaria media*), espiguilla anual (*poa annual*), alopecuro (*alopecurus myosuroides*), de entre 2,5 y 16 cm de altura de crecimiento, se trataron con 2-etilamino-4-propoxiisopropilamino-6-cloro-s-triazina (A), 2-isopropilamino-4-propoxiisopropilamino-6-cloro-s-triazina (B), 2-isopropilamino-4-propoxiisopropilamino-6-metoxi-s-triazina (C), 2,4-bis-(etoxiisopropilamino)-6-metilmercapto-s-triazina (D), en dosis de cada vez 1,5 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 litros de agua por hectárea.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla siguiente:

		<u>Substancia activa</u>			
		<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
	Cebada	10	0-10	0,10	0,10
20.	Trigo	0-10	0-10	0,10	0-10
	Maiz	10	0	10-20	10
	Ortiga menor	90-100	90-100	90-100	90-100
	Cenizo	90-100	90-100	90-100	90-100
	Camomila	90-100	90-100	90-100	90-100
25.	Pamplina	100	90-100	90-100	90-100
	Espiguilla	90-100	90-100	100	90-100
	Alopecuro	90-100	90-100	90-100	90-100

0 = Sin efecto perjudicial

30. 100 = Destrucción total

28 NOV

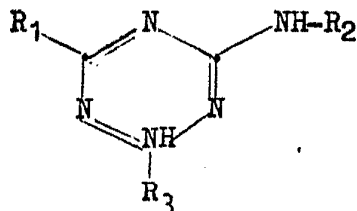


N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indica-

5. das son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Alemania, con fecha 28 de noviembre de 1967, nº P 16 70 289.9, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "Procedimiento para la obtención de derivados de triazina"; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1.- Procedimiento para la obtención de derivados de triazina, de fórmula general:



25. en donde R₁ es un átomo de cloro o de bromo o un grupo ciano, metoxi o tiometilo, R₂ representa un radical alcoxi-
alquilo alifático inferior con un máximo de 6 átomos de carbono o un radical alquiltioalquilo, y R₃ representa un radical alquiltioalquilo o alcoxialquilo o un átomo de cloro,
30. caracterizado porque en una primera etapa se hace reaccionar cloruro de cianurilo, en presencia de agentes aceptores de hidruro de cloro, con aminas de fórmula NHR₂ y NHR₃, en cuya



fórmula R_2 y R_3 tienen los significados arriba señalados, y en caso dado, se hace reaccionar el derivado de triazina así obtenido con metilato de sodio, metilmercapturo de sodio o cianuro de sodio, y en una segunda etapa se mezcla el derivado de triazina obtenido con una carga sólida ó líquida.

5.

2.- Procedimiento para la obtención de derivados de triazina; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10.

Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina, por una sola cara.

Madrid.

28 NOV. 1906

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT.

J. FERNÁNDEZ ACEBO Y MODELA
Firmado: F. Hernández Robt