

P.- 40.784

364393

P 16 70 594.5  
D 55 516  
Dr. No/J

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>A-01-</u>
<u>N</u>

**Memoria descriptiva**



21 ABR.

para solicitar **PATENTE DE INVENCION** por **20 años**

a nombre de **DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHNEIDANSTALT  
VORMALS ROESSLER**

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

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

por: **"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE S-TRIAZINAS  
SUSTITUIDAS" (Clase Internacional C07d A01n)**

17.4.69

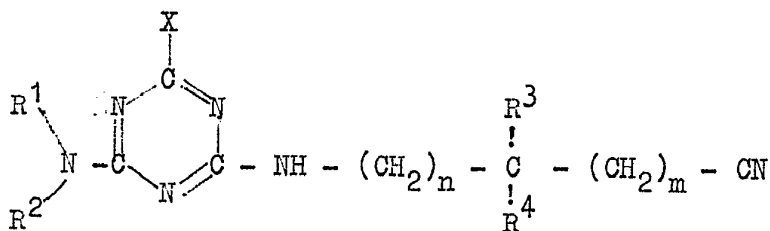




mar un anillo de 5 a 7 miembros.

Estas triazinas se caracterizan por una actividad herbicida selectiva especialmente alta y son descompuestas con rapidez en la tierra (patente española Nº 341.880).

El objeto del presente invento son s-triazinas sustituidas de la fórmula general



en la que X es un grupo N<sub>3</sub>, o especialmente un átomo de halógeno, preferiblemente un átomo de cloro, o preferiblemente un grupo alcoxi o XXX alcoholmercapto inferior, R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> son iguales o distintos y representan un átomo de hidrógeno, un grupo alcoholilo o alquenoilo inferior, recto o ramificado, eventualmente sustituido por grupos -OH, -OR, -SR, ó -CN, siendo R un grupo alcoholilo inferior, siendo n y m en cada caso un número entero de 1 a 4, y pudiendo significar n o m también cero, R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> son iguales o distintos y representan un grupo alcoholilo recto o ramificado con 1 a 4 átomos de carbono y R<sup>3</sup> o R<sup>4</sup> pueden significar también un átomo de hidrógeno.

Como "grupos inferiores" se deben entender solamente los grupos que muestran 1 a 6, preferiblemente 1 a 4, átomos de carbono.

Los compuestos de acuerdo con el invento pueden ser utilizados en calidad de agentes para influir

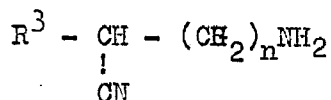


sobre el crecimiento de las plantas y se caracterizan por una especial selectividad y por una rápida descomposición en la tierra.

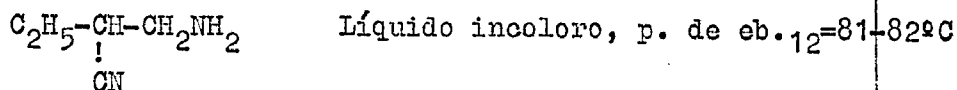
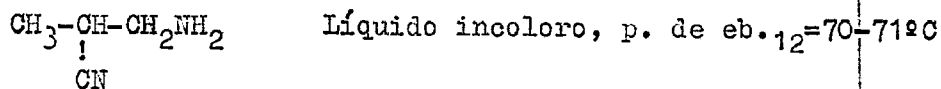
5 La preparación, para la que no se reivindica ninguna protección dentro del marco de la presente solicitud, se realiza según métodos de por sí conocidos.

Las aminas ramificadas necesarias para la síntesis pueden ser preparadas de acuerdo con métodos que ya son conocidos a partir de la bibliografía.

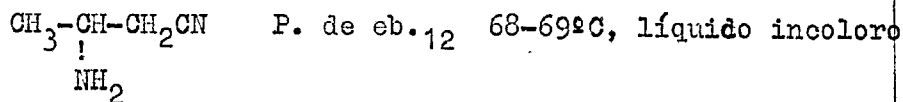
10 Así, se obtienen aminas de la fórmula general



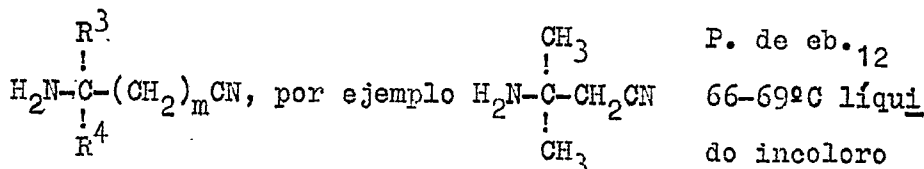
a partir de los acrilonitrilos alfa-alcohilados por reacción con amoníaco acuoso concentrado en autoclave a 140-  
15 150°C. Son ejemplos:



20 Si se hace reaccionar, por ejemplo, cianuro de alilo con amoníaco concentrado (al 40%) durante 2 horas en autoclave, se obtiene 3-amino-butironitrilo:



25 Se obtienen compuestos de la fórmula general



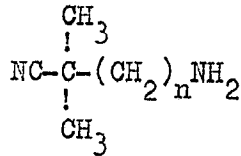
30 a partir de los acrilonitrilos 2,2-dialcohilados también por reacción con amoníaco; los acrilonitrilos necesarios



se obtienen por condensación de acuerdo con Knoevenagel de cetonas con ácido cianacético y subsiguiente descaboxilación.

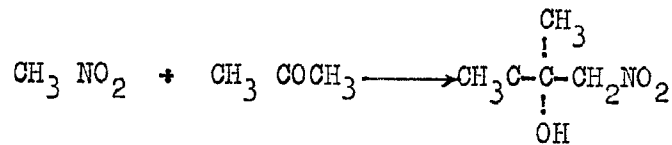
Los compuestos del tipo

5

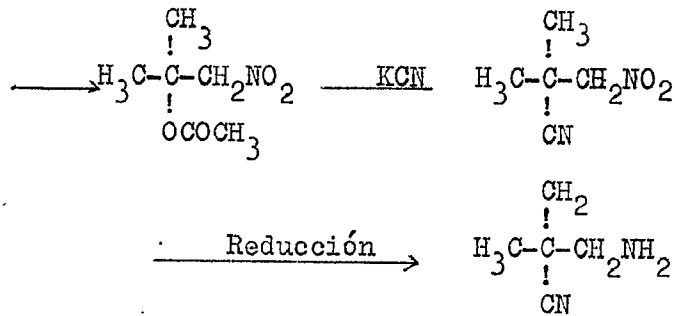


se pueden obtener por ejemplo de la siguiente manera:

10



15



20

La preparación de los productos finales puede realizarse, haciendo reaccionar 1 mol de cloruro cianúrico con 1 mol de aminonitrilo en presencia de 1 mol de un agente fijador de halogenuro de hidrógeno, por ejemplo lejía de sosa, y subsiguientemente con 1 mol de amoníaco o amina de la fórmula general  $\text{NHR}^1\text{R}^2$ , también en presencia de 1 mol de lejía de sosa. También, se puede introducir en primer lugar la amina  $\text{NHR}^1\text{R}^2$  y a continuación el aminonitrilo. Las 2-cloro-4-cianalcoholamino-6-(alcohol)aminotriazinas así obtenidas pueden ser transformadas en los correspondientes compuestos alcoholmercapto por reacción con alcoholmercaptanos en presencia de

25

30



un agente fijador de ácido. Se obtienen los correspondientes compuesto alcoxi por ejemplo haciendo reaccionar las halogenotriazinas con alcoholato de sodio.

5 Los compuestos de acuerdo con el invento se caracterizan por sus superiores propiedades herbicidas y pueden ser utilizados tanto en calidad de herbicidas para antes del brote como en calidad de herbicidas para después del brote. Son capaces, ya en pequeña concentración, de influir sobre el crecimiento de las plantas.

10 Según el tipo de los sustituyentes  $R^1$  a  $R^4$  pueden servir para la erradicación o represión selectiva de malas hierbas entre plantas de cultivo así como para la total destrucción e inhibición de un crecimiento de plantas indeseables.

15 También se pueden utilizar los nuevos compuestos para desfoliar, para reducir la fructificación, para retardar el florecimiento o floración, etc. Pueden ser utilizados solos o en mezcla entre si o juntamente con otros herbicidas. Se pueden emplear también mezclados con insecticidas, fungicidas y fertilizantes.

20

Era sorprendente el hecho de que los compuestos del tipo reivindicado sean herbicidas intensos y posean una alta selectividad, dándose además de manera favorable una pequeña persistencia en la tierra de solamente pocos meses con cultivos alternados. En la memoria de patente USA 2.476.547 ya se han descrito compuestos de triazina que contienen grupos cianalcohilamino de otra configuración. Un ejemplo de estos es la 2-cloro-4-amino-6-cianometil-amino-s-triazina, Sin embargo, estos

25

30 compuestos son utilizados en calidad de fungicidas e in-



secticidas, es decir que su acción herbicida es tan pequeña que pueden destruir los hongos agárlicos, sin perjudicar de ninguna manera las plantas.

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

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

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

20 Las sustancias pueden ser mezcladas en forma seca con los vehículos. Sin embargo, también se pueden pulverizar soluciones o emulsiones sobre los vehículos, o se pueden mezclar con éstos y secar a continuación la mezcla.

30 Con el fin de alcanzar una mejor adherencia

13.3.69

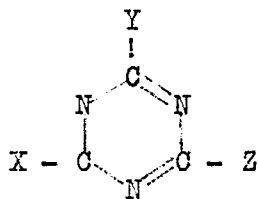


de las sustancias activas sobre los vehiculos, se pueden utilizar adhesivos conocidos tales como cola, caseína, sales de ácido alginico y sustancias similares.

5 Finalmente, se pueden mezclar los compuestos de triazina, eventualmente junto con los vehiculos, con agentes de suspensión y estabilizadores, por ejemplo pueden ser transformados en una pasta o un polvo, y estos pueden ser mezclados, con agitación, con agua para formar una suspensión.

10 En calidad de humectantes, emulgentes y estabilizadores, se pueden utilizar sustancias aniónicas, catiónicas o no ionógenas conocidas, por ejemplo aceite de ricino sulfonado, sales de ácidos grasos, alcohilarilsulfonatos, alcohilsulfatos secundarios, sales de ácidos resínicos, polietilénéteres de alcoholes grasos, ácidos grasos o aminas grasas, compuestos de amonio cuaternario, 15 ácidos ligninsulfónicos, saponinas, gelatinas, caseína, solos ó en mezcla entre sí.

20 Ejemplo de los compuestos reivindicados están indicados en la siguiente tabla. Corresponden a la fórmula general



X	Y	Z	Aspecto	P. de F.
C1	$  \begin{array}{c}  CH_3 \\    \\  NH-CH_2-CH-CN  \end{array}  $	NH <sub>2</sub>	cristales blancos	228-229°C



	X	Y	Z	Aspecto	P. de F.
5	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$	NHCH <sub>3</sub>	cristales blancos	250-251°C
5	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$	NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	" "	219-220°C
	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$	NHC <sub>3</sub> H <sub>7-i</sub>	" "	137-138°C
	C1	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$	NH <sub>2</sub>	" "	201-202°C
10	C1	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$	NHCH <sub>3</sub>	" "	208-209°C
	C1	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$	NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	" "	188-189°C
15	C1	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$	NHC <sub>3</sub> H <sub>7-i</sub>	" "	88-89°C
	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CN} \end{array}$	NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	" "	141-143°C
	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CN} \end{array}$	NHC <sub>3</sub> H <sub>7-i</sub>	" "	183-184°C
20	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	" "	125-127°C
	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	NHC <sub>3</sub> H <sub>7-i</sub>	" "	168-169°C
25	C1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	NHCH <sub>3</sub>	" "	155-157°C

13.3.69

X	Y	Z	Aspecto	P. de F.
5	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	crisales blancos	168-169°C
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	" amarillos claros	p. de f. 110-112°C
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_3\text{H}_7-i$	" "	aceite
10	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NH}_2$	" blancos	p. de f. 159,5-160,5°C
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHCH}_3$	" "	p. de f. 106°C
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_3\text{H}_7-i$	" "	aceite
15	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	" "	aceite
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	" "	89- 90°C
20	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	" amarillentos	113°C
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	" blancos	156°C

Ejemplo 1.

10 partes de 2-etilamino-4-(2-ciano-propil)-amino-6-cloro triazina, 89 partes de bentonita y parte de un ácido silícico muy disperso, producido por vía pirogena, son mo-



lidos en un molino de bolas hasta la finura de polvo. Esta mezcla puede ser utilizada en calidad de agente para espolvorear.

5 Ejemplo 2.

Una mezcla de 2-isopropilamino-4-(1,1-dimetil-2-ciano-etil)-amino-6-metoxi-s-triazina y 90 partes de tierra de diatomeas es molida en un molino de bolas hasta la máxima finura posible. Puede ser utilizada en calidad de agente para espolvorear.

10

Ejemplo 3.

Se prepara una mezcla de 2-isopropilamino-4-(1,1-dimetil-2-ciano-etil)-amino-6-metilmercapto-s-triazina, 70 partes de xileno y 10 partes de un octilfenilpoliglicol éter a partir de di-terbutilfenol y 10 a 12 moles de óxido de etileno (Hostapal CV<sup>®</sup>). Este preparado proporciona con agua una emulsión estable.

15

20 Ejemplo 4.

Se disuelven 25 partes de 2-isopropilamino-4-(1-metil-2-ciano-etil)-amino-6-clorotriazina en 200 partes de ciclohexanona, 15 partes de xileno y 10 partes de un ácido naftalenodisulfónico sustituido (Nekal BX<sup>®</sup>). La mezcla proporciona con agua una emulsión estable.

25

Ejemplo 5.

Se disuelven 50 partes de 2-etilamino-4-(2-ciano-propil)-amino-6-metoxi-s-triazina en 450 partes de queroseno. La solución puede ser pulverizada inmediatamente después.

30



Ejemplo 6.

Se introducen 67 g de metacrilonitrilo y 200 ml de amoníaco concentrado (al 23%) en un autoclave de 1 litro, se introducen a presión 200 g adicionales de  $\text{NH}_3$  gaseoso, y se calienta rápidamente hasta 150°C. Después de 2 horas se enfría, se reduce la presión y se satura con KOH la solución acuosa homogénea. La amina es separada, es secada con KOH y subsiguientemente es destilada en vacío. Con p. de eb. de 70-71°C, destila 1-metil-2-metilpropionitrilo en forma de líquido incoloro. Rendimiento, 61,5 g correspondientes a 73,2% de la teoría.

Ejemplo 7.

Una mezcla de 67 g de cianuro de alilo y 250 g de una solución acuosa al 40% de amoníaco es calentada bajo agitación en autoclave durante 3 horas a 140-150°C. Después de enfriar, la solución acuosa es saturada con KOH, la amina depositada es separada, es secada con KOH y es destilada en vacío. Con p. de eb. de 68-69°C, destila 3-amino-butironitrilo en forma de líquido incoloro. Rendimiento: 64,7 g correspondientes a 77% de la teoría.

Ejemplo 8.

El ácido 1-ciano-2-metil-crotónico obtenido a partir de ácido cianacético y acetona por condensación de Knoevenagel es descarboxilado térmicamente para formar 2,2-dimetil-acrilonitrilo.

81 g de este nitrilo son calentados a 140-150°C en autoclave durante 3 horas con 250 g de una solución acuosa al 50% de amoníaco, subsiguientemente son enfriados,



a continuación son saturados con KOH y la amina formada es separada. Esta es secada con KOH y destilada en vacío. Con p. de eb. <sub>12</sub> de 66-68°C destilan 64,8 g (66,3% de la teoría) de 2-amino-2,2-dimetil-propionitrilo en forma de líquido incoloro.

#### Ejemplo 9.

Se suspenden 184,5 g de cloruro cianúrico en 600 ml de acetona, se enfría hasta 0°C y se añaden 200 g de hielo.

A continuación se añaden gota a gota, a 0-2°C, 84 g de 1-metil-2-amino-propionitrilo y luego una solución de 40 g de NaOH en 200 ml de H<sub>2</sub>O. A una temperatura hasta de 40°C se añaden gota a gota 2 moles de solución al 50% de etilamina (=180 g). Cuando la solución, después de aproximadamente una hora, reacciona de forma neutra, se expulsa la acetona en vacío y se diluye a continuación con agua.

Los cristales blancos son filtrados con succión, son lavados y son secados en vacío a 50°C. La 2-etilamino-4-(2-ciano-propil)-amino-6-cloro-triazina así obtenida tiene un punto de fusión de 219-220°C. Rendimiento: 238 g = 99% de la teoría.

#### Ejemplo 10.

24,05 g (=1/10 moles) de la clorotriazina citada en el ejemplo 9 son puestos a ebullición durante 8 horas con una solución de 6,6 g de metilmercaptida de sodio en 200 ml de metanol. A continuación se somete a evaporación hasta sequedad y se recoge el residuo con agua. El producto cristalino es filtrado con succión y secado. Se obtienen cristales de color amarillo claro de la 2-etilamino-4-(2-ciano-

18 MAR



propil)-amino-6-metilmercapto-s-triazina con un punto de fusión de 110-112°C. Rendimiento: 22,5 g, correspondientes a 85,2% de la teoría.

5 Ejemplo 11.

22,65 g (= 1/10 moles) de 2-metilamino-4-(2-ciano-propil)-amino-6-cloro-s-triazina son puestos a ebullición durante 6 horas con una solución de 5,4 g de metilato de sodio en 150 ml de metanol. Entonces la mezcla reacciona de forma neutra. Se concentra por evaporación hasta 1/3 del volumen original y se vierte en agua. Las pastas precipitadas cristalizan a fondo rápidamente. Después de separar y de secar, se obtienen 19,9 g de 2-metilamino-4-(2-ciano-propil)-amino-6-metoxi-s-triazina en forma de cristales blancos (=89,8% de la teoría) con un punto de fusión de 106°C.

Ejemplo 12.

Se suspenden 55,35 g de cloruro cianúrico en 300 ml de acetona, se enfría hasta 0°C, y se añaden bajo agitación a esta temperatura 25,7 g de 3-amino-butironitrilo. Luego se añaden una solución de 12 g de  $N_2OH$  en 60 ml de agua. A continuación se añaden gota a gota 25,5 g de una solución al 70% de isopropilamina y finalmente, de nuevo una solución de 12 g de NaOH en 60 ml de  $H_2O$  a una temperatura hasta de 45°C. Tan pronto la mezcla reacciona de forma neutra, se expulsa la acetona en vacío y se recoge el residuo con agua. Los cristales blancos son filtrados con succión, son lavados y son secados. La 2-isopropil-amino-4-(1-metil-2-ciano-etil)-amino-cloro-s-triazina formada tiene un punto de fusión de 163 a 164°C. Rendimiento: 75 = 98% de la teoría.

14.3.69

Ejemplo 13.

Se suspenden 184,5 g de cloruro cianúrico en 600 ml de acetona y se enfría la mezcla hasta 0°C. Luego se añaden gota a gota a esta temperatura 99g de 2,2-dimetil-2-amino-propionitrilo y a continuación 200 ml de una lejía de sosa 5 N. La mezcla se hace rápidamente neutra. A una temperatura hasta de 40°C, se añaden 90 g de solución al 50% de etilamina y 200 ml de NaOH 5N. La mezcla neutra es diluida con 2 litros de agua y los cristales son filtrados con succión. Después de secar, quedan 238,5 g de 2-etil-amino-4-(1,1-dimetil-2-ciano-etil)-amino-6-cloro-s-triazina. Rendimiento: 93,7% de la teoría. Punto de fusión: 125-127°C.

Ejemplo 14.

Una solución de 18,45 g de cloruro cianúrico en 120 ml de tetrahidrofurano es tratada a 0°C primeramente con 9,9 g de 1,1-dimetil-2-aminopropionitrilo y a continuación con 20 ml (hasta a 40°C) 9 g de solución al 50% de etilamina y finalmente 20 ml de NaOH 5N. Se obtienen 22,9 g de 2-etil-amino-4-(2,2-dimetil-2-ciano-etil)-amino-6-cloro-s-triazina (= 89,7% de la teoría). Cristales blancos, punto de fusión: 168-169°C.

Ejemplo 15.

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

- a) tratamiento de la tierra después de incorporar la simiente.

En un invernadero mantenido a 21°C se introducen con azada diferentes, semillas en la tierra que se encuentran en cubetas de material sintético, por la mañana se riega con

18 MAR 1969



agua y por la tarde se trata con una dispersión que se obtuvo vertiendo una solución del herbicida en partes iguales de agua. Luego se observa, con riego normal, el brote de las plantas y 2 semanas después de la siembra se comprueba si se ha reprimido el crecimiento de las plantas y en que medida se ha reprimido.

5

b) tratamiento de la tierra después del brote.

En un invernadero con una temperatura interna de 21°C se introducen con azada dentro de la tierra diferentes semillas. Después del brote se aplica sobre la tierra la dispersión acuosa de la sustancia activa citada en a). Después de 2 semanas se comprueba si se ha reducido el crecimiento y en qué grado se ha reducido.

10

c) Se procede tal como se describe en b), pero con la diferencia de que la dispersión acuosa de la sustancia activa no se aplica dentro de la tierra, sino sobre las hojas.

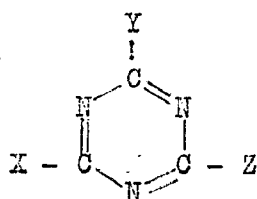
15

Los resultados de los ensayos están reproducidos en las siguientes tablas. La represión del crecimiento se valora de acuerdo con una escala en que 0 significa crecimiento normal y 9 significa dañado total de las plantas.

20

Como concentración de sustancias activas se utilizan en el ensayo a) 20 kg/hectarea y 1 kg/hectárea; en el ensayo b) 10 kg/hectarea, 1 kg/hectarea y 0,1 kg/hectárea; y en el ensayo c) 10 kg/hectárea, 1 kg/hectárea y 0,1 kg/hectárea, de los siguientes compuestos:

25



30

14.3.69



164

Com- pues to	Sustituyentes			
	X	Y	Z	
5	I	C1	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CN} \end{array}$
	II	C1	$\text{NHC}_3\text{H}_7-i$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CN} \end{array}$
10	III	C1	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{CN} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$
	IV	OCH <sub>3</sub>	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$
15	V	OCH <sub>3</sub>	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$
	VI	OCH <sub>3</sub>	NH-CH <sub>3</sub>	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$
20	VII	SCH <sub>3</sub>	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CN} \end{array}$
	VIII	SCH <sub>3</sub>	$\text{NHC}_2\text{H}_5$	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CN} \end{array}$
25				

14.3.69

14.3.69

Apertado a.)

Sustancia aplicada	kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Linaza	Mostaza	Remolachas azucareras
I	20	0	6	8	3	9	9	9
	1	0	4	7	1	8	5	8
II	20	0	7	8	4	9	9	9
	1	0	3	6	2	8	6	7
III	20	0	7	9	4	9	9	9
	1	0	3	8	1	8	5	9
IV	20	7	9	9	8	9	9	9
	1	2	7	6	3	8	9	9
V	20	2	6	7	4	9	9	9
	1	2	3	3	0	8	7	9
VI	20	5	7	3	9	9	9	9
	1	4	4	0	7	7	4	7



18 MAR



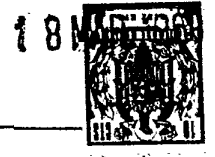
Sustancia aplicada	kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Linaza	Mostaza	Remolachas azucareras
VII	20	3	7	8	3	9	9	9
	1	2	4	6	0	9	4	9
VIII	20	3	5	8	2	9	9	9
	1	1	1	3	1	9	2	8

Apartado b)

Sustancia aplicada	kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Linaza	Mostaza	Remolachas azucareras
I	10	0	6	8	5	9	9	9
	1	0	3	5	1	9	8	9
	0,1	0	1	1	0	8	1	7
II	10	0	6	6	8	9	9	9
	1	0	3	6	1	8	7	9
	0,1	0	3	3	0	8	6	7

14.3.69

Sustancia aplicada	Kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Lizana	Mostaza	Remolachas azucareras
III	10	0	8	8	6	9	9	9
	1	0	6	7	3	9	9	9
	0,1	0	3	2	0	8	6	8
IV	10	6	9	9	8	9	9	9
	1	1	7	5	5	8	9	9
	0,1	0	1	1	2	2	5	5
V	10	3	7	7	3	9	9	9
	1	2	6	6	1	9	8	9
	0,1	0	1	2	0	4	6	7
VI	10	3	6	6	3	9	9	9
	1	2	5	5	2	6	8	9
	0,1	0	1	3	1	5	7	7
VII	10	7	8	9	7	9	9	9
	1	3	7	8	5	9	9	9
	0,1	0	4	1	1	9	9	9





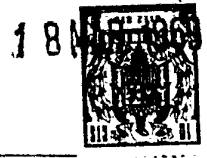
Sustancia aplicada	kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Linaza	Mostaza	Remolachas azucareras
VIII	10	5	8	9	7	9	9	9
	1	2	6	8	6	9	9	9
	0,1	0	6	5	2	9	9	9

Apertado c)

Sustancia aplicada	kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Linaza	Mostaza	Remolachas azucareras
I	10	0	6	8	2	9	9	9
	1	0	5	6	0	9	9	9
	0,1	0	4	2	0	8	5	7
II	10	0	7	8	1	9	9	9
	1	0	5	6	0	7	9	8
	0,1	0	4	3	0	7	7	6

14.3.69

Sustancia aplicada	Kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Linaza	Mostaza	Remolachas azucareras
III	10	1	6	7	2	9	9	9
	1	0	5	7	0	9	9	9
	0,1	0	4	2	0	9	4	4
IV	10	7	8	9	5	9	9	9
	1	4	5	6	0	8	8	9
	0,1	0	0	0	0	0	1	3
V	10	5	7	8	0	9	9	9
	1	3	6	7	0	8	9	8
	0,1	0	1	2	0	0	3	0
VI	10	3	7	8	0	9	9	8
	1	1	6	6	0	9	9	7
	0,1	0	1	1	0	6	5	6
VII	10	5	6	8	1	9	9	9
	1	2	5	6	0	8	8	8
	0,1	0	1	1	0	3	2	0



18 MAR



Sustancia aplicada	Kg/Ha	Maiz	Avena	Lolium perenne	Guisantes	Linaza	Mostaza	Remolachas azucareras
VIII	10	5	6	7	0	8	8	8
	1	1	5	6	0	7	8	8
	0,1	0	2	1	0	2	2	4

14.3.69

21 ABR.



Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 7 de Marzo de 1968, bajo el núm. P 16 70 594.5, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

10

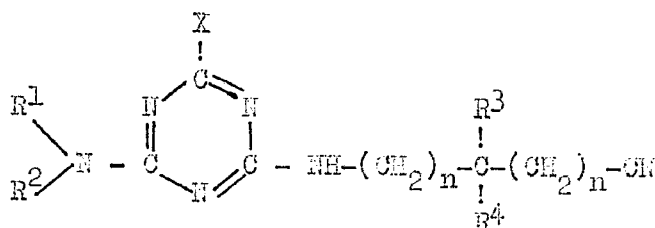
- REIVINDICACIONES -

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

15

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

20



25

en la que X significa un grupo H<sub>3</sub> o especialmente un átomo de halógeno, preferiblemente un átomo de cloro, o preferiblemente un grupo alcoxi o alcoholmercapto inferior, R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> son iguales o distintos y representan un átomo de hidrógeno, un grupo alcoholilo o alquencilo infe-



rior, recto o ramificado, eventualmente sustituido por grupos -CH, -OR, -SR o -CN, siendo R un grupo alcohilo inferior, siendo n y m en cada caso un número entero de 1 a 4, y pudiendo significar n ó m también cero, R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> son iguales o distintos y representan un grupo alcohilo recto o ramificado con 1 a 4 átomos de carbono y R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> pueden significar también un átomo de hidrógeno, caracterizado porque se hace reaccionar (a) un mol de cloruro cianúrico con 1 mol de un aminonitrilo en presencia de 1 mol de un haluro de hidrógeno como agente de unión seguido de (b) hacer reaccionar el producto obtenido con 1 mol de amoniaco o una amina de fórmula NHR<sup>1</sup>R<sup>2</sup> en la que R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> tienen los mismos significados que se definieron anteriormente, en presencia de un haluro de hidrógeno como agente de unión y (c) hacer reaccionar el producto así obtenido con un alcoholmercaptano en presencia de un ácido como agente de unión o haciendo reaccionar el producto con un alcoholato sódico.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que las etapas (a) y (b) son llevadas a cabo en orden inverso, y en el que el agente de unión del halogenuro de hidrógeno es hidroxido sódico.

3.- Un procedimiento de preparación de s-triazinas sustituidas.

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



La presente memoria consta de veintiseis hojas  
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 ABR. 1969

P.A.

Alberto de Eizaguirre  
Por Poder