

386916

PATENTE DE INVENCION	
CICLO	Le A 12 655-Sp
COT	ROL
D	N

386916³⁰



Memoria Descriptiva

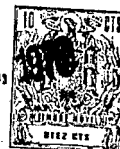
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE 1, 2, 3, 7-TETRAHI
DRO- [1,2,4]TRIAZOLO [3,2-C] [1,2,4]-TRIAZINONAS-
-(7).

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT., entidad alemana,
residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Ale-
mana.

386916

30 DIC.



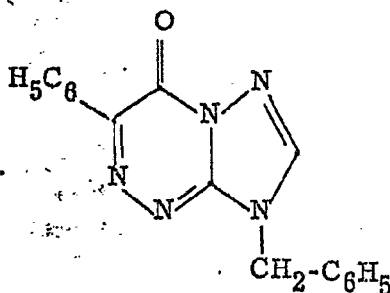
1

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento químicamente característico para la producción de nuevas 1,2,3,7-tetrahidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4] triacinas-(7) que pueden ser utilizadas como herbicidas.

5

Ya se ha dado a conocer que se obtienen 3,7-dihidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4] triacinas-(7), por ejemplo la 3-bencil-6-fenil-3,7-dihidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4]-triacinona-(7) de la fórmula

10



15

si 3,4-diamino-dihidrotiacinas-(5) se hacen reaccionar con ácidos carboxílicos o sus anhídridos [Chem. Ber. 97, páginas 2173 a 2178 (1964)]. Estas dihidro-triazolo-triacinas tienen una actividad herbicida baja solamente. Hasta ahora no se conoce ningún procedimiento para la producción de 1,2,3,7-tetrahidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4] triacinas-(7).

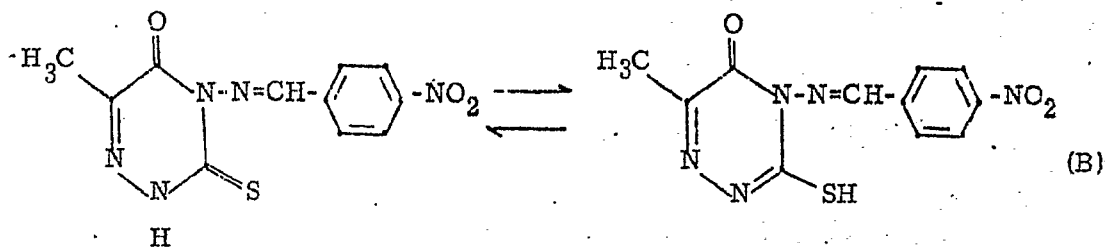
20

Además, se ha dado a conocer que la 4-amino-3-tioxo-6-metil-2,3,4,5-tetrahidro-1,2,4-triacinona-(5) reacciona con p-nitrobenzaldehído a formar el compuesto de p-nitro-bencilideno (base de Schiff) de la fórmula

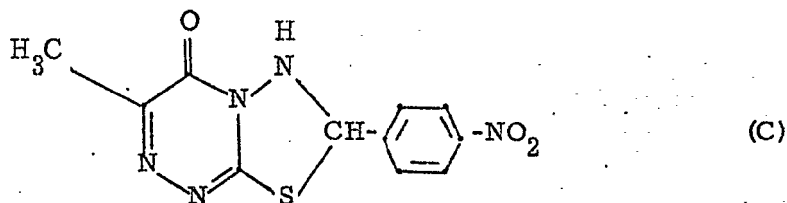
25



386916



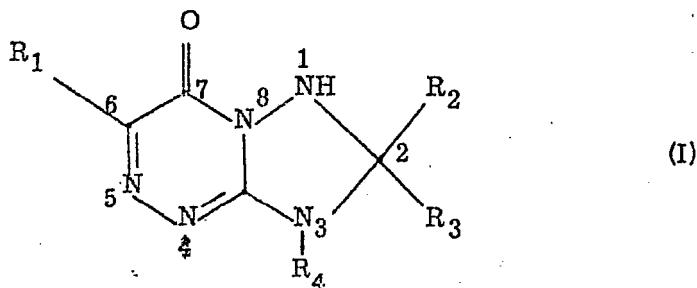
y no en el sentido de formar la correspondiente tia-diazolo-triacinona de la fórmula



[compárese: Periodica Polytechnica Hung. 12, páginas 259 a 275 (1968)].

Ahora se ha encontrado que las nuevas

1,2,3,7-tetrahidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4] triacinonas-(7) de la fórmula



en la cual representan

R_1 hidrógeno, alquilo de cadena recta o ramificada eventualmente sustituido, alquenilo, cicloalquilo, aralquilo o arilo,

386916

30

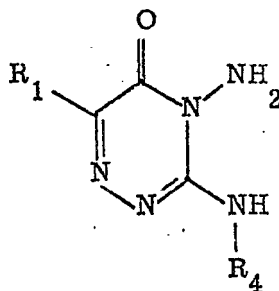


1 R₂ y R₃ hidrógeno o alquilo de cadena recta o ramificada eventual-
tualmente sustituido, alqueno, cicloalquilo, cicloalqueno
o aralquilo

5 R₂ y R₃ conjuntamente, alqueno con 4 a 7 átomos de carbono
que eventualmente pueden estar sustituidos por grupos al-
quilo ulteriores, y

R₄ hidrógeno, alquilo, alqueno, aralquilo o arilo eventual-
mente sustituido,

son obtenidas si 3,4-diamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinonas-(5)
10 de la fórmula



(II)

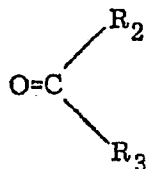
15

en la cual

R₁ y R₄ tienen los significados arriba definidos,

se hacen reaccionar con un oxo-compuesto de la fórmula

20



(III)

en la cual

R₂ y R₃ tienen los significados arriba indicados,

en presencia de un ácido carboxílico alifático de bajo peso mole-

25

386916



1 cular.

Ha de considerarse pronunciadamente sorprendente el hecho de que la reacción según el invento toma el curso indicado y conduce lisa y llanamente y con rendimientos elevados a las 1,2,3,7-tetrahidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4] triacinas-(7). Más bien debería haberse esperado que ya sea el compuesto de carbonilo (III) iba a reaccionar con las 3,4-diamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinas-(5) de la fórmula (II) bajo formación de bases de Schiff del tipo (B) [compárese: Periodica Technica Hung. 12, páginas 259 a 275 (1968)] o sea que las triacinas (II) iban a reaccionar con el ácido carboxílico alifático de bajo peso molecular presente como sustancia auxiliar, bajo formación de las 3,7-dihidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4] triacinas-(7) del tipo (A) [compárese: Chem. Ber. 97, páginas 2173 a 2178 (1964)].

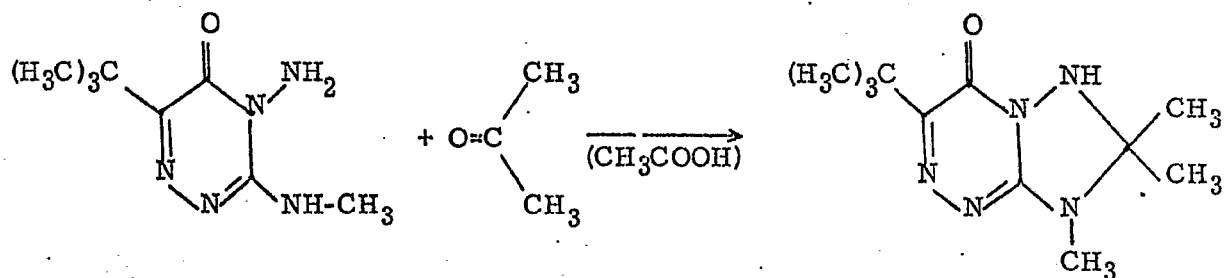
Las bases isómeras de Schiff aquí no reivindicadas, sin embargo, generalmente pueden ser obtenidas de tal manera que se efectúa la condensación de (II) con (III) en presencia de ácidos fuertes, tales como ácidos minerales o ácidos sulfónicos orgánicos.

Por consiguiente, el procedimiento según la invención, por primera vez, permite en forma sencilla la síntesis de numerosas nuevas 1,2,3,7-tetrahidro-[1,2,4] triazolo [3,2-c] [1,2,4] triacinas y, por consiguiente, representa un valioso enriquecimiento de la técnica.

386916



Si, como sustancias de partida, se emplean 4-amino-3-metilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) y acetona, el desarrollo de la reacción puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas



Las 3,4-diamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinonas-(5) empleados como sustancias de partida, están definidos generalmente por la fórmula (II). En la fórmula (II), R_1 representa preferiblemente un radical alquilo ramificado con 3 a 5 átomos de carbono, un radical ciclohexilo o un grupo fenilo eventualmente sustituido por cloro. R_4 representa preferiblemente metilo y etilo.

Como ejemplos de las 3,4-diamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinonas-(5) aplicables según el invento, en detalle, sean mencionados:

4-amino-3-butilamino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-anilino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-bencilamino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-butilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-bencilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-anilino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

386916 30 D



- 1 3,4-diamino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-etil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-propil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 5 3,4-diamino-6-n-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-isobutil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-ciclopentil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 10 3,4-diamino-6-(4-metilciclohexil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-(4-clorofenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-bencil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-(2-clorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 15 3,4-diamino-6-(3-clorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-(4-clorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
3,4-diamino-6-(3,4-diclorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-etil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 20 4-amino-3-metilamino-6-propil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-n-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-isobutil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 25 4-amino-3-metilamino-6-ciclopentil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

386916



- 1 4-amino-3-metilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(4-metilciclohexil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-cicloheptil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 5 4-amino-3-metilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(4-metilfenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(4-isopropilfenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(4-ter-butilfenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 10 4-amino-3-metilamino-6-(2-clorofenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(3-clorofenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(4-clorofenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(3,4-diclorofenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 15 4-amino-3-metilamino-6-bencil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-ciclohexilmetil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(2-clorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 20 4-amino-3-metilamino-6-(3-clorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
4-amino-3-metilamino-6-(4-clorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 25 4-amino-3-metilamino-6-(3,4-diclorobencil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

30



386916

- 1 acinona-(5)
- 4-amino-3-metilamino-6-propenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-metilamino-6-cinamil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-metilamino-6-(α -fenietil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 5 4-amino-3-metilamino-6-(β -fenietil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-metilamino-6-(2-metilbutil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona
(5)
- 4-amino-3-metilamino-6-(2-metilpropil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-
(5)
- 10 4-amino-3-metilamino-6-isopropenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-metilamino-6-ciclohexen-(1)-il-4,5-dihidro-1,2,4-tri-
acinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 15 4-amino-3-etilamino-6-propil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-n-butyl-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-isobutil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-ter-butyl-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 20 4-amino-3-etilamino-6-ciclohexilmetil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-
(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-(4-metilciclohexil)-4,5-dihidro-1,2,4-tri-
acinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-bencil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 4-amino-3-etilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
- 25 4-amino-3-etilamino-6-(3,4-diclorofenil)-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-

386916

30 DIC. 1970



1

(5)

4-amino-3-n-butilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-dodecilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-anilino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

5

4-amino-3-n-butilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-n-butilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-bencilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-bencilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-bencilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

10

4-amino-3-bencilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-alilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-alilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-alilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-metilamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

15

4-amino-3-etilamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)

4-amino-3-bencilamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5).

20

Las 3,4-diamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinonas-(5) de la fórmula (II) aplicadas como sustancias de partida son en parte conocidas (compárese: Chem. Ber. 97, páginas 2173-2178, así como Patente belga No. 697.083). Las triacinonas aún no conocidas pueden ser preparadas según métodos conocidos, por ciclización de ácidos α -oxo-carboxílicos con diaminoguanidinas o por aminólisis de 4-amino-3-alkilmercapto-4,5-dihidro-1,2,4-triacinonas-(5) (compárese: Ejemplos de preparación).

25

Los oxo-compuestos de la fórmula (III) apli-



386916

1 cados como sustancias de partida son generalmente conocidos.
Como ejemplos de aldehidos o cetonas aplicables, en detalle, pueden mencionarse:

5 Formaldehido, acetaldehido, propionaldehido,
n-butiraldehido, isobutiraldehido, valeraldehido, isovaleraldehido,
tetrahidrobenzaldehido, hexahidrobenzaldehido, aldehido cinámico,
aldehido hidrocinámico, cloral, hidrato de cloral, pivalaldehido,
acetona, metiletilcetona, ciclohexanona, ciclopentanona, ciclo-
heptanona, metilisopropilcetona, tricloroacetona, trifluoracetona
10 o hexafluoracetona.

Como diluyentes entran en consideración todos los disolventes orgánicos inertes. A ellos pertenecen preferiblemente hidrocarburos, tales como nafta, benceno y tolueno; éteres, tales como dioxano y tetrahidrofurano e hidrocarburos
15 clorados, tales como clorobenceno o diclorobenceno.

Sin embargo, es conveniente llevar a cabo la reacción sin disolventes y, en su lugar, aplicar en exceso el ácido carboxílico alifático de bajo peso molecular necesario como
20 substancia auxiliar. Como tales ácidos carboxílicos, pueden emplearse ácidos carboxílicos con 1 a 5 átomos de carbono, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico o isobutírico. De preferencia, se aplica ácido acético.

Las temperaturas de reacción pueden variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se trabaja a temperaturas entre 20° y 120°C, preferiblemente entre 50° y 100°C.
25

386916

30



1 La aplicación de presión, por lo general, no es necesaria. Sin embargo, los oxo-compuestos que a la temperatura ambiente son gaseosos, pueden hacerse reaccionar en el autoclave.

5 En la realización del procedimiento según la invención, por cada mol de la 3,4-diamino-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) de la fórmula (II) se aplican 1 a 20 moles del oxo-compuesto de la fórmula (III), así como 0,1 a 20 moles del ácido carboxílico alifático de bajo peso molecular y se calienta la
10 mezcla hasta que termine la reacción. De preferencia, se aplican el oxo-compuesto y el ácido carboxílico en exceso.

El aislamiento de los productos de reacción puede ser efectuado concentrándose la mezcla de reacción por evaporación o, si se aplicaron oxo-compuestos y ácidos carboxílicos miscibles con agua, vertiéndose la mezcla de reacción en
15 agua y recogiendo subsiguientemente por succión el producto de reacción precipitado. Los productos de reacción pueden ser purificados, si es necesario, en forma usual por recristalización en disolventes orgánicos.

20 Las nuevas 1,2,3,7-tetrahydro-[1,2,4]-triazolo [3,2-c] [1,2,4]-triacinonas-(5) tienen propiedades herbicidas y, por ello, pueden encontrar aplicación para combatir malezas.

Como malezas, en el sentido más amplio, han de entenderse todas las plantas que crecen en lugares donde
25

386916



1 no son deseadas. La cuestión de que si las sustancias activas se-
gún el invento actúan como herbicidas totales o selectivos, depen-
de de la magnitud de la cantidad de substancia activa aplicada.

Las sustancias activas según el invento pue-
5 den ser aplicadas por ejemplo, en el caso de las siguientes plan-
tas: Dicotiledóneas, tales como mostaza (Sinapis), berro (Lepidium),
amor de hortelano (Galium), pamplina (Stellaria), camomila (Ma-
tricularia), escabiosa (Galinsoga), pata de ganso (Chenopodium),
ortiga (Urtica), zuzón (Senecio), algodón (Gossypium), remolachas
10 (Beta), zanahorias (Daucus), café (Coffea); monocotiledóneas, ta-
les como fleo (Phleum), poa (Poa), cañuela (Festuca), eleusina
(Eleusine), carricera (Setaria), cizaña (Lolium), bromo (Bromus),
mijo de gallina (Echinochloa), maíz (Zea), arroz (Oryza), avena
(Avena), cebada (Hordeum), trigo (Triticum), mijo (Panicum),
15 caña de azúcar (Saccharum).

Los nuevos compuestos muestran una exce-
lente selectividad con respecto a cereales. Por ello, pueden ser
aplicados también para combatir selectivamente las malezas en
cereales, por ejemplo, maíz, mijo, avena, trigo, cebada y arroz,
20 debiendo efectuarse la aplicación principalmente entre la siembra
y la brotadura de las plantas cultivadas. Además, algunos repre-
sentantes son apropiados también para combatir selectivamente
las malezas después de la brotadura de las plantas cultivadas,
vale decir, según el procedimiento de post-brotadura. En el ca-
25 so de la aplicación antes de la brotadura de las plantas cultivadas,



386916

1 las malezas pueden ser combatidas también selectivamente en otros
cultivos, por ejemplo, en algodón, patatas (papas), guisantes (ar-
vejas), habas de soya, habichuelas (chauchas) y lino.

Las sustancias activas según el invento pue-
den ser elaboradas en las formulaciones usuales, tales como so-
luciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados.
5 Estas formulaciones pueden ser producidas en forma conocida,
por ejemplo, mezclándose las sustancias activas con diluyentes,
vale decir, disolventes líquidos y/o sustancias sólidas de vehí-
culo, eventualmente con el empleo de agentes tensioactivos, va-
le decir, emulsivos y/o agentes dispersantes. En el caso de la
10 utilización del agua como diluyente, pueden emplearse también
por ejemplo, disolventes orgánicos como disolventes auxiliares.
Entran en consideración esencialmente, como disolventes líqui-
dos: hidrocarburos aromáticos, tales como xileno y benceno, hi-
drocarburos aromáticos clorados, tales como clorobencenos, pa-
rafinas, tales como fracciones de petróleo, alcoholes, tales co-
mo metanol y butanol, disolventes fuertemente polares, tales co-
15 mo dimetilformamida y sulfóxido de dimetilo, así como agua, co-
mo sustancias sólidas de vehículo: minerales naturales molidos,
tales como caolines, arcillas, talco y creta, y minerales sinté-
ticos molidos, tales como ácido silícico altamente disperso y si-
licatos; como emulsivos: emulsivos no ionógenos y aniónicos, ta-
les como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de po-
20 lioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo, alquilaril-poliglicó-
25

386916³⁰



1 licos, sulfonatos alquílicos y arílicos; como agentes dispersantes,
por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.

 Las sustancias activas pueden estar presen-
tes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias activas
5 conocidas. Por lo general, las formulaciones contienen entre 0,1%
y 95% en peso, preferiblemente entre 0,5% y 90% en peso de subs-
tancia activa.

 Las sustancias activas pueden aplicarse co-
mo tales, en forma de sus formulaciones o como formas de apli-
10 cación de ellas preparadas, tales como soluciones, emulsiones,
suspensiones, polvos, pastas y granulados en estado listo para el
uso. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo, por
espolvoreo, pulverización, rociada, riego y esparcimiento.

 La cantidad de sustancia activa aplicada pue-
15 de variar dentro de límites amplios. Depende esencialmente de la
naturaleza del efecto deseado. Por lo general, las cantidades de
aplicación están entre 0,1 y 20 kg de sustancia activa por hectá-
rea, preferiblemente entre 1 y 10 kg/ha.

Ejemplo de Aplicación 1

20 Ensayo de pre-brotadura.

Disolvente: 5 partes en peso de acetona,

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

 Para la producción de una preparación apro-
piada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de subs-
25 tancia activa con la cantidad indicada de disolvente, se agrega la

386916



1 cantidad indicada de emulsivo y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

Se siembran semillas de las plantas de ensayo en un suelo normal y al cabo de 24 horas se las riegan con la preparación de substancia activa, manteniéndose convenientemente constante por unidad de superficie. La concentración de la substancia activa en la preparación no es de importancia, decisiva es tan solo la cantidad de aplicación de la substancia activa por unidad de superficie. Al cabo de 3 semanas, se determina el grado de daño en las plantas de ensayo y se lo clasifica con los índices de 0 a 5, que tienen los siguientes significados

- 0 ningún efecto,
- 1 leves daños o atraso de crecimiento,
- 2 daños manifiestos o retardo del crecimiento,
- 15 3 graves daños y desarrollo tan solo deficiente o brotadura de tan solo un 50% de las plantas,
- 4 plantas parcialmente destruidas después de la germinación o brotadura de tan solo un 25% de las plantas,
- 5 plantas totalmente muertas o sin brotadura.

20 Las substancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados surgen de la siguiente tabla:

386016

386016
90 DIC 1971

T A B L A

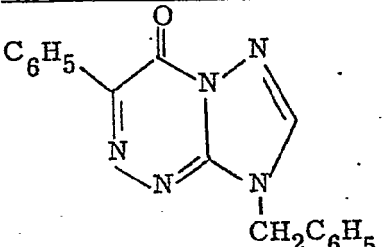
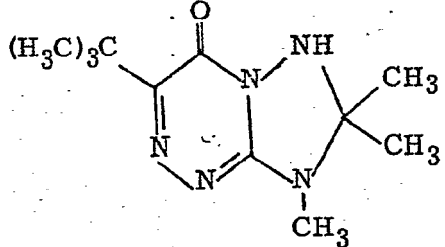
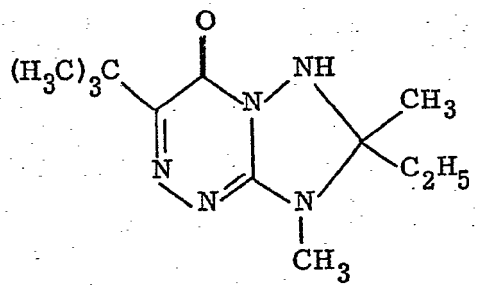
Ensayo de pre-brotadura

Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	Echinochloa	Chenopodium	Synapis	Stellaria	Lolium	Galinsoga	Matricaria	Avena	Algodón	Trigo	Maiz
<chem>Cc1nc2c(nc(=O)c1n2)N(CCN)C</chem> (conocida)	40	0	0	3	1	0	3	1	0	0	0	0
	20	0	0	2	0	0	2	0	0	0	0	0
	10	0	0	1	0	0	1	0	0	0	0	0
			5	5	5	5	5	5	4	5	5	5
<chem>Cc1nc2c(nc(=O)c1n2)N(C)C(C)C</chem>	10	5	5	5	5	5	5	5	4	5	3	5
	5	5	5	5	5	5	5	5	3	5	1	5
	2,5	5	5	5	5	4-5	5	5	1	4	0	4-5
	1,25	5	5	4	5	4	5	5	0	4	0	4-5
<chem>Cc1nc2c(nc(=O)c1n2)N(C)C(C)C</chem>	10	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	2,5	5	5	5	5	4-5	5	5	5	5	4	4
	1,25	5	5	4	5	4	5	5	4	5	2	3

386016

T A B L A

Ensayo de pre-brota

Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	Echinochloa	Chenopodium
 <p>(conocida)</p>	40	0	0
	20	0	0
	10	0	0
	10	5	5
	5	5	5
	2,5	5	5
	1,25	5	5
	10	5	5
	5	5	5
	2,5	5	5
	1,25	5	5



386916

386916

Tabla (continuación)

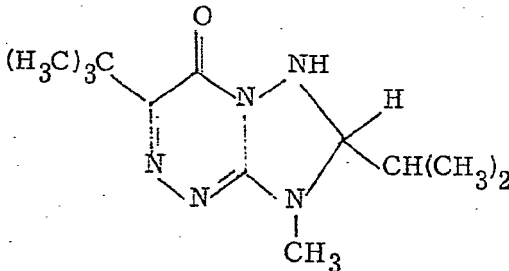
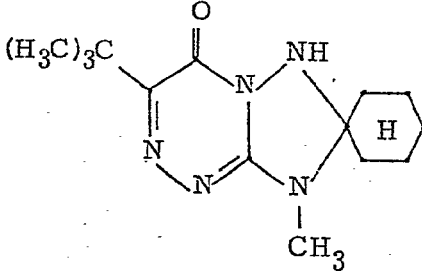
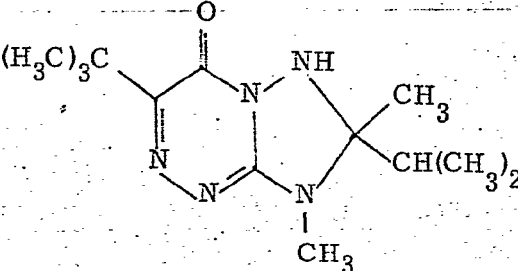
Ensayo de pre-brotadura

Substancia activa	cantidad de sust. act. aplicada kg/ha	Echinochloa	Chenopodium	Simapis	Stellaria	Lolium	Galinsoga	Matricaria	Avena	Algodon	Trigo	Maiz
<chem>CC(C)(C)C1=CN2C(=O)N(C)C=C2N1C(C)O</chem>	10	5	5	5	5	5	5	5	3	4	2	3
	5	5	5	5	5	4	5	5	2	3	1	1
	2,5	5	5	4-5	5	3	5	5	1	2	0	0
<chem>CC(C)(C)C1=CN2C(=O)N(C)C=C2N1CC1CCCCC1</chem>	10	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	5	5	5	5	5	5	5	5	4	4	4-5	4
	2,5	5	5	5	4-5	3-4	5	5	4	4	4	3-4
<chem>CC(C)(C)C1=CN2C(=O)N(C)C=C2N1C(C)C</chem>	10	5	5	5	5	5	5	5	5	3	2-3	3
	5	5	5	5	5	4-5	5	5	4	1-2	1	2
	2,5	5	5	4	5	4	5	5	3	0	0	0
	1,25	4-5	4-5	3	4-5	2	5	5	0	0	0	0

386916

Tabla continuaci

Ensayo de pre-brota

Substancia activa	cantidad de sust. act. aplicada kg/ha	Echinochloa
	10 5 2,5 1,25	5 5 5 4-5
	10 5 2,5 1,25	5 5 5 5
	10 5 2,5 1,25	5 5 5 4-5



continuación)

Se pre-brotadura

386916

Echinochloa	Chenopodium	Sinapis	Stellaria	Lolium	Galinsoga	Matricaria	Avena	Algodón	Trigo	Maíz
5	5	5	5	5	5	5	3	4	2	3
5	5	5	5	4	5	5	2	3	1	1
5	5	4-5	5	3	5	5	1	2	0	0
4-5	4	3	4-5	2	5	5	0	0	0	0
5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
5	5	5	5	5	5	5	4	4	4-5	4
5	5	5	4-5	3-4	5	5	4	4	4	3-4
5	5	5	4	2	5	5	3	4	2-3	3
5	5	5	5	5	5	5	5	3	2-3	3
5	5	5	5	4-5	5	5	4	1-2	1	2
5	5	4	5	4	5	5	3	0	0	0
4-5	4-5	3	5	4	5	5	2	0	0	0



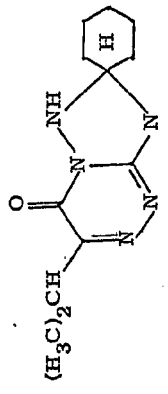
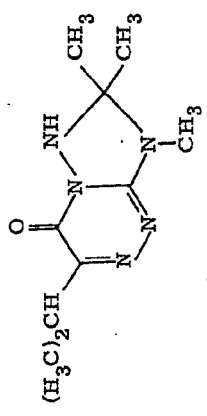
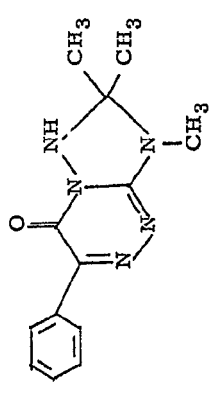
386916

tinuación)
Tabla
ost-brotadura
Ensayo

386916

Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	Chenopodium	Sinapis	Galinsoga	Stellaria	Urtica	Matricaria	Daucus	avena	algodon	trigo
	10	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	5	5	5	5	5	5	5	5	4	5	4
	2,5	5	5	5	5	5	5	5	3-4	5	3-4
	10	5	5	5	5	5	5	5	3	5	3
	5	5	5	5	5	5	5	5	3	5	3
	2,5	5	5	5	5	5	5	5	1-2	3	1
	10	5	5	5	5	5	5	5	1	2-3	0
	5	5	5	5	5	5	5	5	1	2-3	0
	2,5	5	5	5	5	5	5	5	0	2	0

Substancia activa



386916

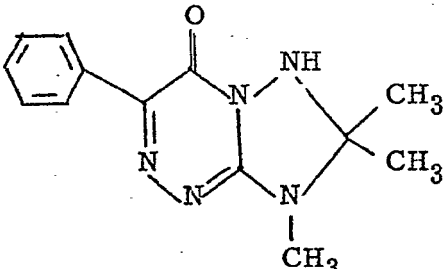
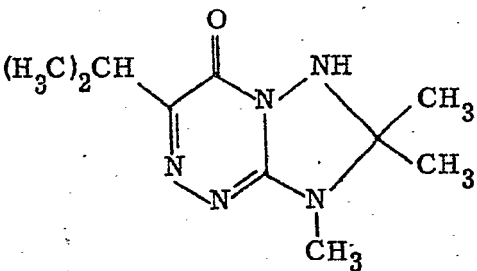
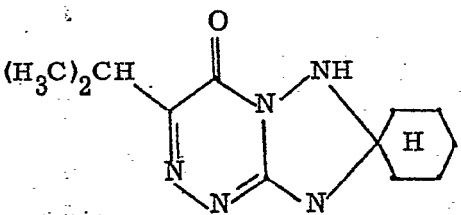
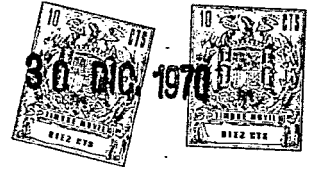
Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	tinuación	
		Chenopodium	Sinapis
	10	5	5
	5	5	5
	2,5	5	5
	1,25	5	5
	10	5	5
	5	5	5
	2,5	5	5
	1,25	5	5
	10		
	5		
	2,5		
	1,25		

Tabla
ost-brote
Ensayo

tinuación)

abla
ost-brotadura
sayo



386916

de	Chenopodium	Sinapis	Galinsoga	Stellaria	Urtica	Matricaria	Daucus	avena	algodón	trigo
	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	5	5	5	5	5	5	5	4	5	4
	5	5	5	5	5	5	5	3-4	5	3-4
	5	5	5	5	5	4-5	4	3	5	3
	5	5	5	5	5	5	5	3	5	2
	5	5	5	5	5	5	5	1-2	3	1
	5	5	5	5	5	5	5	1	2-3	0
	5	5	5	4-5	4	4	4-5	0	2	0



386916

1

Ejemplo B

Ensayo de post-brotadura.

Disolvente: 5 partes en peso de acetona,

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

5

Para la producción de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente, se agrega la cantidad indicada de emulsivo y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.-

10

La preparación de sustancia activa es rociada sobre las plantas de ensayo de una altura de 5 a 15 cm, de tal modo que se aplican las cantidades de sustancia activa indicadas en la tabla por unidad de superficie. Según la concentración de la preparación de rociada, la cantidad de aplicación de agua es de 1000 a 2000 l/ha. Al cabo de 3 semanas, se determina el grado de daño en las plantas y se lo clasifica con los índices de 0 a 5 que tienen los siguientes significados:

15

0 ningún efecto,

1 manchas aisladas de leve quemadura,

20

2 daños manifiestos en las hojas,

3 hojas y partes de tallo individuales parcialmente muertas,

4 planta parcialmente destruída,

5 planta totalmente muerta.

25

Las sustancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados surgen de la siguiente tabla:

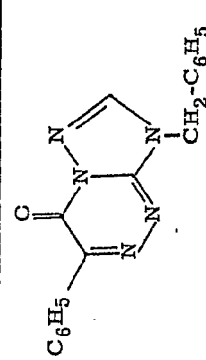
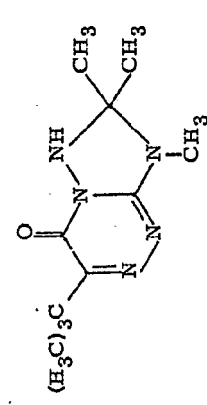
386916

386916



T A B L A

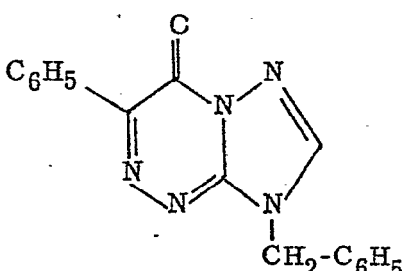
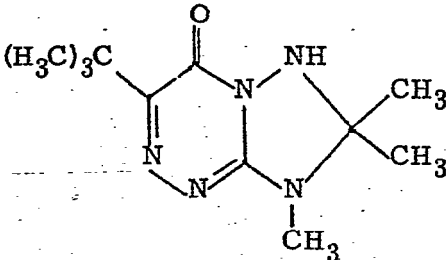
Ensayo de post-brotadura

Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	Chenopodium	Sinapis	Galinsoga	Stellaria	Urtica	Matricaria	Daucus	avena	algodon	trigo
 (conocida)	8	0	4-5	3	3	3	2	2	1-2	1-2	0
	4	0	4	2	2	1	1	1	0	1	0
	2	0	3	2	2	1	1	1	0	0	0
	2	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	1	4-5	5	5	5	5	5	5	4-5	5	4
	0,5	4-5	5	5	5	5	5	5	4	5	4
	0,25	4	5	5	5	5	5	5	3	5	3

386916

TABLA

Ensayo de post-br

Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	Echinochloa	Chenopodium
 <p>(conocida)</p>	8	3	0
	4	2	0
	2	1	0
	2	5	5
	1	4-5	5
	0,5	4-5	5
	0,25	4	5

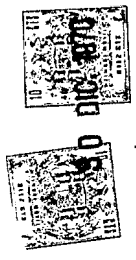


386916

TABLA

ayo le post-brotadura

	Echinochloa	Chenopodium	Sinapis	Galinsoga	Stellaria	Urtica	Matricaria	Daucus	avena	algodón	trigo
3	0	4-5	3	3	3	2	2	1-2	1-2	0	
2	0	4	2	2	1	1	1	0	1	0	
1	0	3	2	2	1	1	1	0	0	0	
5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	
3	5	5	5	5	5	5	5	4-5	5	4	
4-5	5	5	5	5	5	5	5	4	5	4	
4	5	5	5	5	5	5	5	3	5	3	



386916

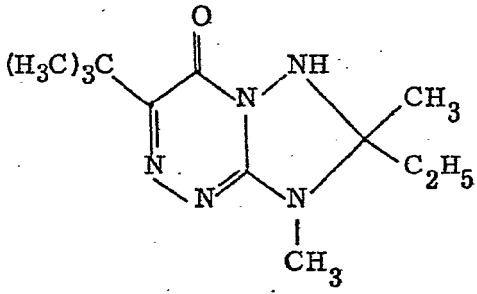
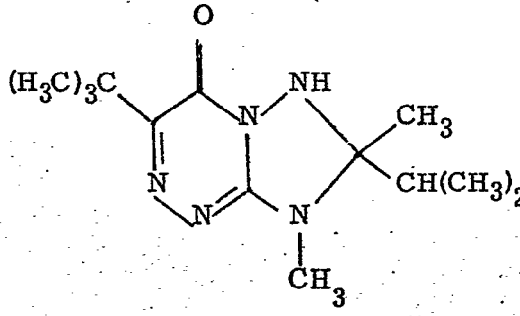
Tabla (cc continuación)
Ensayo de pre-brotadura

386916

Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	Echinochloa	Echinochloa	Chenopodium	Sinapis	Stellaria	Lolium	Galinsoga	Matricaria	Avena	Algodón	Trigo	Maiz
<chem>CC1=NC2=C(N1)C(=O)N(C)C2C(C)C</chem>	2	5	5	5	5	5	5	5	5	5	3	3	4
	1	5	5	5	5	5	5	5	5	4-5	2	2	3
	0,5	5	5	5	4-5	5	5	5	5	4	1	0	1
	0,25	4	5	5	5	4	5	4-5	5	3	0	0	0
<chem>CC1=NC2=C(N1)C(=O)N(C)C2C(C)N(C)C</chem>	2	5	5	4-5	5	5	5	5	5	5	5	4	3
	1	4-5	5	5	5	5	5	5	5	4-5	5	4	2
	0,5	4-5	5	5	5	5	4-5	5	5	3	4	3	1
	0,25	4	5	4-5	5	5	4	5	5	2	3	2	0
		5	5	5	5	5	5	5	5	3	4	3-4	3
		5	5	5	5	5	5	5	5	2	4	3	2
		4-5	4-5	4-5	5	5	4-5	5	5	1	4	2	0
		4	4	4	5	5	4	5	5	0	2-3	0	0

386916

Tabla (cc) continuac
Ensayo de le pre-br

Substancia activa	cantidad de subst. act. aplicada kg/ha	Echinochloa	Echinochloa	Chenopodium
	2	5	5	5
	1	5	5	5
	0,5	5	5	5
	0,25	4	5	5
	2	5	5	5
	1	4-5	5	5
	0,5	4-5	5	5
	0,25	4	4-5	4-5
			5	5
			5	5
			4-5	4-5
			4-5	4



la (cc
 continuación)
 o de
 le pre-brotadura

386916

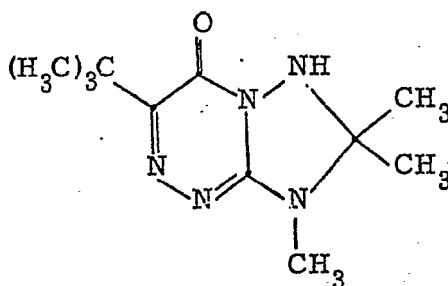
	Echinochloa	Echinochloa	Chenopodium	Sinapis	Stellaria	Lolium	Galinsoga	Matricaria	Avena	Algodón	Trigo	Maiz
5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	3	3	4
5	5	5	5	5	5	5	5	5	4-5	2	2	3
5	5	5	4-5	5	5	5	5	5	4	1	0	1
5	5	5	4	5	4-5	5	5	5	3	0	0	0
5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	4	3
5	5	5	5	5	5	5	5	5	4-5	5	4	2
5	5	5	5	5	4-5	5	5	5	3	4	3	1
5	4-5	4-5	5	5	4	5	5	5	2	3	2	0
4-5												
4-5												
4												
5	5	5	5	5	5	5	5	5	3	4	3-4	3
5	5	5	5	5	5	5	5	5	2	4	3	2
4-5	4-5	5	5	4-5	5	5	5	5	1	4	2	0
4-5	4	5	5	4	5	5	5	5	0	2-3	0	0

30

386916



Ejemplo 1



Se calienta una mezcla de 19,7 g de 4-amino-3-metilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5), de 50 ml de acetona y de 50 ml de ácido acético durante una hora en el baño de agua hirviente. Subsiguientemente se concentra por evaporación y se recristaliza en 150 ml de benceno el residuo cristalino (23,5 g) que queda después del calentamiento en vacío. Se obtienen 21,6 g (91% de la teoría) de 2,2,3-trimetil-6-ter-butil-1,2,3,7-tetrahidro-[1,2,4]-triazolo[3,2-c][1,2,4]triacinona-(7) del P.f. = 165-168°C (descomposición).

Se obtiene el mismo compuesto, si se reemplaza el ácido acético aplicado, por ácido fórmico, ácido propiónico, ácido butírico o ácido isobutírico.

La 4-amino-3-metilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) necesaria como producto de partida, puede ser preparado como sigue:

En una solución en ebullición de 2360 g de 4-amino-3-metilmercapto-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) (compárese: Patente japonesa No. 547.317) en 770 ml de ácido



386916

1 acético y 4000 ml de isopropanol, después de la adición de 28 g
de ácido p-toluensulfónico, se introduce monometilamina durante
56 horas. Después del enfriamiento, se recoge por succión el pro-
ducto de reacción que se separó por cristalización. Una cantidad
5 ulterior es obtenida del filtrado después de la agitación con agua.

Rendimiento: 1979 g (91% de la teoría),

P.f. = 134°C.

En forma análoga pueden prepararse las si-
guientes nuevas 1,2,3,7-tetrahidro-[1,2,4]triazolo [3,2-c][1,2,4]
10 triacinonas-(7) de la fórmula (I)

15

20

25




386916

386916

T A B L A

Productos de partida Triacina (II) oxo-compuesto (III) Productos de reacción (I)

Ejemplo No.	Triacina (II)	oxo-compuesto (III)	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	P.f. °C
2	4-amino-3-metilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacina-(5) P.f. 234°C	ciclohexanona	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	146
3	"	ciclopentanona	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄ -		CH ₃	132
4	"	metil-isopropil-cetona	t-C ₄ H ₉	CH ₃	i-C ₃ H ₇	CH ₃	142 (desc.)
5	"	metilacetona	t-C ₄ H ₉	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	131 (desc.)
6	"	isovaleraldehido	t-C ₄ H ₉	H	i-C ₄ H ₉	CH ₃	116
7	"	hexahidrobenzaldehido	t-C ₄ H ₉	H		CH ₃	144
8	"	isobutiraldehido	t-C ₄ H ₉	H	i-C ₃ H ₇	CH ₃	153 (desc.)
9 +)	4-amino-3-etilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacina-(5) P.f. = 178°C	ciclohexanona	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₅ -		C ₂ H ₅	180

386916

T A B L A


Productos de partida			
Ejemplo No.	Triacinona (II)	oxo-compuesto (III)	R ₁
2	4-amino-3-metilamino-6-ter-butyl-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. 234°C	ciclohexanona	t-C ₄ H ₉
3	"	ciclopentanona	t-C ₄ H ₉
4	"	metil-isopropil-cetona	t-C ₄ H ₉
5	"	metiletilcetona	t-C ₄ H ₉
6	"	isovaleraldehido	t-C ₄ H ₉
7	"	hexahidrobenzaldehido	t-C ₄ H ₉
8	"	isobutiraldehido	t-C ₄ H ₉
9 ⁺)	4-amino-3-etilamino-6-ter-butyl-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 178°C	ciclohexanona	t-C ₄ H ₉



386916

LA

Productos de reacción (i)

III)	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	P.f. °C
	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	146
	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₄ -		CH ₃	132
	t-C ₄ H ₉	CH ₃	i-C ₃ H ₇	CH ₃	142 (desc.)
	t-C ₄ H ₉	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	131 (desc.)
	t-C ₄ H ₉	H	i-C ₄ H ₉	CH ₃	116
	t-C ₄ H ₉	H		CH ₃	144
	t-C ₄ H ₉	H	i-C ₃ H ₇	CH ₃	153 (desc.)
	t-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₅ -		C ₂ H ₅	180



386916

Productos de partida

Ejemplo No. Triacinona (II)

10 4-amino-3-metilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
P. f. = 142°C

11 "

12 "

13 4-amino-3-etilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
P. f. = 158°C

14 4-amino-3-n-butilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
P. f. = 125°C

15 4-amino-3-n-dodecilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5)
P. f. = 104°C

Productos de reacción (I)

R₁ R₂ R₃ R₄ P. f. °C

i-C₃H₇ CH₃ CH₃ CH₃ 165

i-C₃H₇ -(CH₂)₅- CH₃ 173

i-C₃H₇ H CCl₃ CH₃ a partir de 126 (desc.)

i-C₃H₇ CH₃ CH₃ C₂H₅ 110

i-C₃H₇ CH₃ CH₃ n-C₄H₉ 187

i-C₃H₇ -(CH₂)₅- n-C₁₂H₂₅ poco preciso a partir de 50

386916

386916

Tabla (continuación)

Ejemplo No.	Productos de partida		Prc
	Triacinona (II)	oxo-compuesto (III)	R ₁
10	4-amino-3-metilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 142°C	acetona	i-C ₃ H
11	"	ciclohexanona	i-C ₃ H
12	"	cloral	i-C ₃ H
13	4-amino-3-etilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 158°C	acetona	i-C ₃ H
14	4-amino-3-n-butilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 125°C	acetona	i-C ₃ H
15	4-amino-3-n-dodecilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 104°C	ciclohexanona	i-C ₃ H

continua ón)

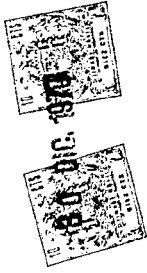


Productos de reacción (I)

II)	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	F.f. °C
	i-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	CH ₃	165
	i-C ₃ H ₇	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	173
	i-C ₃ H ₇	H	CCl ₃	CH ₃	a partir de 126 (desc.)
	i-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	110
	i-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	n-C ₄ H ₉	187
	i-C ₃ H ₇	-(CH ₂) ₅ -		n-C ₁₂ H ₂₅	poco preciso a partir de 50




386916

386916






386916

Tabla (continuación)

Ejemplo No.	Productos de Partida Triacina (II)	oxo-compuesto (III)	Productos de reacción (I)				P. f. ° C
			R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	
16	4-amino-3-anilino-6-iso-propil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P. f. = 162°C	acetona	i-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	167
17	"	ciclohexanona	i-C ₃ H ₇	-(CH ₂) ₅ -		C ₆ H ₅	169
18	4-amino-3-bencilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P. f. = 144°C	ciclohexanona	i-C ₃ H ₇	-(CH ₂) ₅ -		CH ₂ - C ₆ H ₅	150
19	4-amino-3-metilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P. f. = 141°C	acetona		CH ₃	CH ₃	CH ₃	91
20	"	ciclohexanona		-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	85
21	4-amino-3-n-butilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P. f. = 173°C	ciclohexanona		-(CH ₂) ₅ -		n-C ₄ H ₉	176

386916

Tabla (continuación)




Ejemplo No.	Productos de Partida		R ₁
	Triacinona (II)	oxo-compuesto (III)	
16	4-amino-3-anilino-6-iso-propil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 162°C	acetona	i-C ₃ H ₇
17	"	ciclohexanona	i-C ₃ H ₇
18	4-amino-3-bencilamino-6-isopropil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 144°C	ciclohexanona	i-C ₃ H ₇
19	4-amino-3-metilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 141°C	acetona	
20	"	ciclohexanona	
21	4-amino-3-n-butilamino-6-ciclohexil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P.f. = 173°C	ciclohexanona	



386916

racia)

Productos de reacción (I)

R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	P.f. °C
i-C ₃ H ₇	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₅	167
i-C ₃ H ₇	-(CH ₂) ₅ -		C ₆ H ₅	169
i-C ₃ H ₇	-(CH ₂) ₅ -		CH ₂ - C ₆ H ₅	150
	CH ₃	CH ₃	CH ₃	91
	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	85
	-(CH ₂) ₅ -		n-C ₄ H ₉	176

386916



P.f. °C 386916

Tabla (continuación)

Ejemplo No.	Productos de partida		Productos de reacción (I)					P.f. °C
	Triacina (II)	óxido-compuesto (III)	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄		
22	4-amino-3-metilamino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacina-(6) P.f. = 180°C	acetona	CH ₃	CH ₃ CH ₃	CH ₃	CH ₃	131	
23	"	ciclohexanona	CH ₃	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	168	
24	4-amino-3-metilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacina-(6) P.f. = 212°C	acetona	C ₆ H ₅	CH ₃ CH ₃	CH ₃	CH ₃	179	
25	"	ciclohexanona	C ₆ H ₅	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	204	

386916

Tabla (continuac

Productos de partida

Ejemplo No.	Triacinona (II)	Oxo-compuesto (III)
22	4-amino-3-metilamino-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P. f. = 180°C	acetona
23	"	ciclohexanona
24	4-amino-3-metilamino-6-fenil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) P. f. = 212°C	acetona
25	"	ciclohexanona



la (continuación)

puesto (III)	Productos de reacción (I)				P. f. °C
	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	
	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	131
anona	CH ₃	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	168
	C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃	CH ₃	179
anona	C ₆ H ₅	-(CH ₂) ₅ -		CH ₃	204

386916

386916



1 +)

El producto de partida para el Ejemplo 9, la 4-amino-3-etilamino-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5), puede prepararse como sigue:

5

350 g de 4-amino-3-metilmercapto-6-ter-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triacinona-(5) se suspenden en una mezcla de 280 ml de isopropanol y de 114 ml de ácido acético. A la temperatura de reflujo, en la mezcla de reacción se introduce etilamina gaseosa. Subsiguientemente se calienta todavía durante 5 horas a la temperatura de ebullición con reflujo; después del enfriamiento, se vierte la mezcla de reacción bajo agitación en 4 litros en agua y se recoge por succión el producto de reacción que se ha precipitado. Rendimiento en bruto: 251 g (73% de la teoría). Después de la recristalización en 1 litro de tolueno, se obtienen 224 g (65%) de producto puro del P.f. = 178°C.

10

15

- N O T A -

Descrita sustancialmente la naturaleza de este invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que este invento es libre de modificaciones en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que este invento se solicitó en Alemania, con el nº P 19 65 739.7 de 31 de diciembre de 1969., acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE 1,2,3,7-TETRAHIDRO- [1,2,4]TRIAZOLO [3,2-c] [1,2,4]

20

25

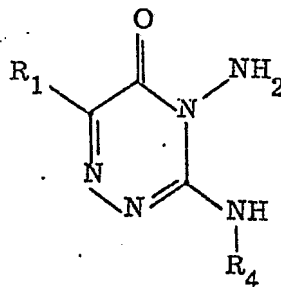
[Handwritten signature]

386916



TRIANONAS- (7)., caracterizándose por lo siguiente:

1.-Procedimiento para la obtención de 1,2,3,7-tetra hidro-[1,2,4]triazolo [3,2-c][1,2,4]trianonas- (7), caracterizado porque se hacen reaccionar 3,4-diamino-4,5-dihidro-1,2,4-trianonas-(5) de la fórmula



en la cual representan

R₁ hidrógeno, alquilo de cadena recta o ramificada eventualmente sustituido, alquenilo, cicloalquilo, aralquilo o arilo y

10. R₄ hidrógeno, alquilo, alquenilo, aralquilo o arilo eventualmente sustituido, en presencia de un ácido carboxílico alifático de bajo peso molecular, con un oxo-compuesto de la fórmula



en la cual representan

R₂ y R₃ hidrógeno, alquilo de cadena recta o ramificada eventualmente sustituido, alquenilo, cicloalquilo, cicloalquenilo, o aralquilo o

20. R₂ y R₃ conjuntamente alquilenos con 4 a 7 átomos de carbono que eventualmente pueden estar sustituidos por grupos alquilo.

2.-Procedimiento según la reivindicación 1, carac-

/24/



386916

terizado porque la reacción se realiza a temperaturas comprendidas entre 20º y 120º C.

3.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se realiza a temperaturas entre 50º y 100º C.

4.-Procedimiento para la obtención de 1,2,3,7-tetrahidro- $[1,2,4]$ triazolo $[3,2-c]$ $[1,2,4]$ triacianonas-(7)., tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 31 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 30 DIC. 1970

FARBENFABRIKEN BAYER

AKTIENGESELLSCHAFT

A. GOMEZ ACEBO Y MODEY

a. d. Firmado: F. Hernández Ruiz