



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

Como DIVISIONAL DE LA SOLIC. PAT. ESPAÑOLA Nº 415.021 de 22-5-73

REF: BA-2977-A-1.

(18) ES	(11) NUMERO	(19) A 1
(21)	441.014	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	16-9-75	

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
256.249	24-5-72	Estados Unidos
348.321	5-4-73	Estados Unidos
348.324	5-4-73	Estados Unidos.

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D//A01N	

(64) TITULO DE LA INVENCION
UN METODO DE PREPARACION DE UN COMPUESTO TRIAZINA
CANCELADA - 9 MAR. 1977

(71) SOLICITANTE (S)
E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
WILMINGTON, Delaware, Estados Unidos.

(72) INVENTOR (ES)
Kang Lin; Julius Jakob Fuchs; Joel Benjamin Wommack, Jr.

(73) TITULAR (ES)

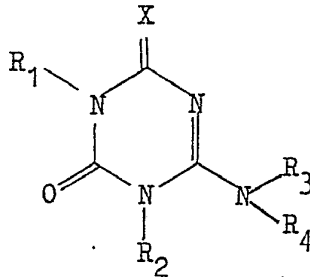
(74) REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1

RESUMEN DE LA INVENCION

Son útiles como herbicidas los compuestos de fórmula:

5



10

donde X es oxígeno o azufre; R₁ es alquilo, alqueno, alqui-
nilo, cicloalquilo, cicloalqueno, cicloalquilmetilo, ci-
cloalquenilmetilo, bicicloalquilo, bicicloalqueno, biciclo-
alquilmetilo, bicicloalquenilmetilo, fenilo, alquilo susti-
tuído, cicloalquilo sustituido o fenilo sustituido; R₂ es hi-
drógeno o alquilo; R₃ es hidrógeno, metilo o etilo y R₄ es
alquilo, alqueno, alquinilo o metoxi; y las sales con ba-
ses de estos compuestos donde R₂ es hidrógeno. Un compuesto
preferido es la 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona.

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

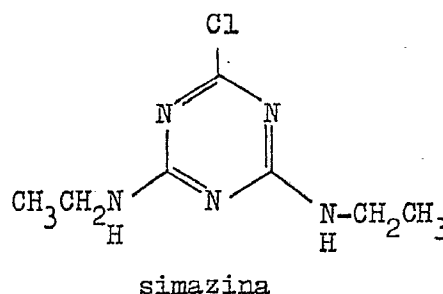
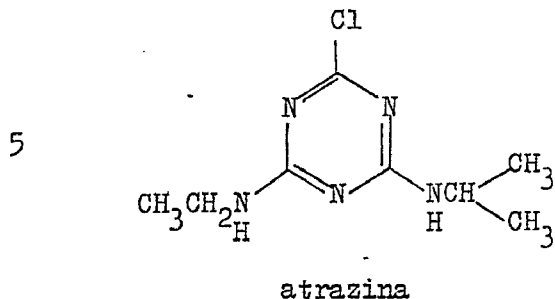
20

La invención se refiere a herbicidas de s-triazina,
más especialmente a una nueva clase de 6-amino-s-triazin-
dionas y su empleo como herbicidas.

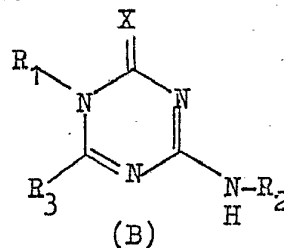
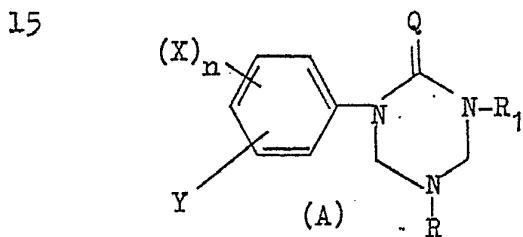
25

Neumayer y colaboradores, "Pesticides", Chemical Week,
12 y 26 de Abril de 1969, citan varios herbicidas comerciales
y experimentales a base de s-triazina. Entre estos se en-

1 encuentran dos productos muy conocidos, la atrazina y la si-
 mazina:



10 En las patentes estadounidenses 3.505.323 y 3.505.057
 de Luckenbaugh se describe una clase de tetrahidro-s-triazini-
 nonas de fórmula A y su uso como herbicidas. La Offenlegungss-
 chrift 1.962.797 alemana describe una clase de s-triazinonas
 de fórmula B, y su uso como herbicidas:



20 Q = S u O
 X = halógeno
 Y = H, halógeno, alquilo, etc.
 R y R₁ = alquilo
 n = 1 ó 2

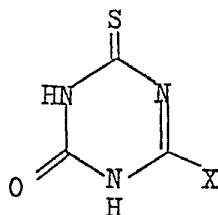
 X = S u O
 R₁, R₂ y R₃ = H o alquilo

25

1

Chem. Ber. 104, 1606 (1971) se refiere a la preparación de s-triazintionas por ciclocondensación de isotiocianato de etoxicarbonilo con amidinas, isoureas, isotioureas y guanidinas:

5



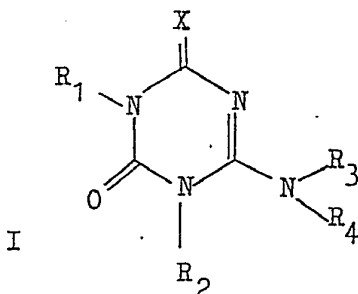
10

donde X es, entre otros, $(C_2H_5)_2N-$, $(C_2H_5CH_2)_2N-$ o $(C_6H_5)_2N-$.

COMPENDIO DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a nuevos compuestos de fórmula I y a su uso como herbicidas:

15



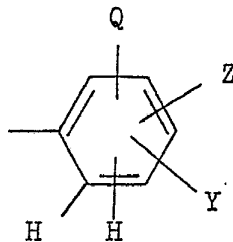
20

donde

25

R_1 está seleccionado entre alquilo de 2 a 8 átomos de carbono, alqueno de 3 a 6 átomos de carbono, alquilo de 3 a 6 átomos de carbono, cicloalquilo de 4 a 8 átomos de carbono, cicloalqueno de 5 a 8 átomos de carbono, cicloalquilmetilo de 4 a 9 átomos

1 de carbono, cicloalquenilmetilo de 6 a 9 átomos de
carbono, bicicloalquilo o bicicloalquenilo de 7 a
10 átomos de carbono y bicicloalquilmetilo o bici-
5 cloalquenilmetilo de 8 a 11 átomos de carbono, tri-
metilciclohexilo y tetrametilciclohexilo;
los grupos alquilo anteriores sustituidos con un gru-
po metoxi, etoxi, metiltio o etiltio;
los grupos cicloalquilo anteriores sustituidos con
un alquilo de 2 a 4 átomos de carbono, uno o dos
10 grupos metilo, uno o dos átomos de cloro o de bromo,
un grupo metoxi o un grupo etoxi; y



15

donde

Q es hidrógeno, flúor, cloro, bromo, alquilo de
1 a 4 átomos de carbono, alcoxi o alquiltio de
20 1 a 2 átomos de carbono, nitro o un grupo tri-
fluormetilo;

Y es hidrógeno, cloro o metilo y

Z es hidrógeno o cloro;

R₂ es hidrógeno, alquilo de 1 a 3 átomos de carbono o
25 un catión seleccionado entre Na⁺, Li⁺, K⁺, (Ca/2)⁺,

1 amonio y dimetilamonio;
 R_3 es hidrógeno, metilo o etilo;
 R_4 es alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, alquenilo de
 3 a 4 átomos de carbono, alquinilo de 3 a 4 átomos
5 de carbono o metoxi y
 X es oxígeno o azufre;
con la condición de que, cuando X es azufre, ningún grupo
 R_2 ni R_3 es hidrógeno.

 La invención también incluye ciertos métodos de pre-
10 paración de las 6-aminotriazindionas anteriores, el uso de
 las 6-aminotriazindionas para controlar la vegetación inde-
 seable y composiciones herbicidas que contienen las 6-amino-
 triazindionas.

 Son preferidos los compuestos de fórmula I donde R_1
15 es alquilo de 3 a 6 átomos de carbono, cicloalquilo de 5 a
 8 átomos de carbono o cicloalquilo de 5 a 8 átomos de carbo-
 no sustituido con un grupo metilo; R_2 , R_3 y R_4 son metilo y
 X es oxígeno o azufre.

 Todavía más preferidos son los compuestos de fórmu-
20 la I donde R_1 es ciclopentilo, metilciclopentilo, ciclohe-
 xilo o metilciclohexilo; R_2 , R_3 y R_4 son metilo y X es oxí-
 geno.

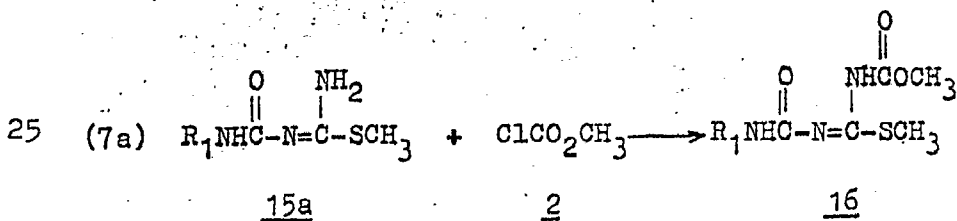
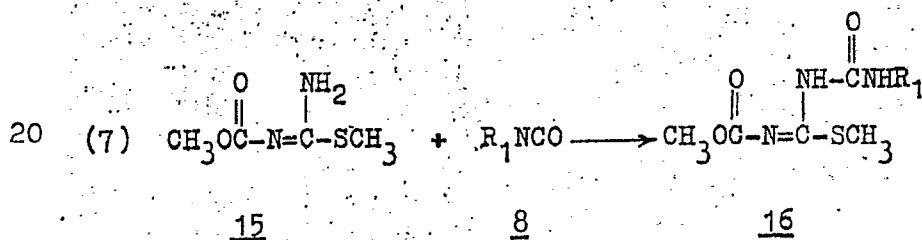
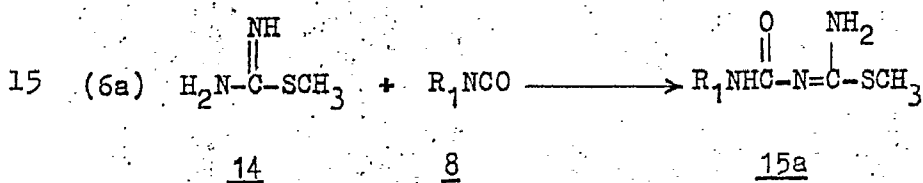
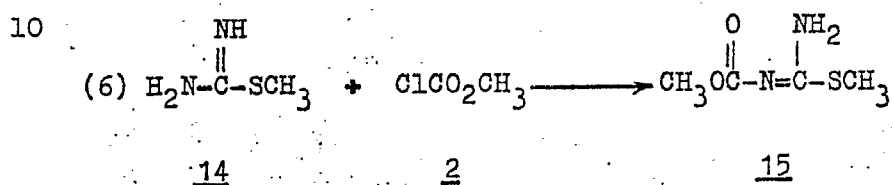
 Los compuestos más preferidos de todos son los dos
siguientes:

25

1 3-ciclohexil-1-metil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona y

3-ciclopentil-1-metil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona.

5 Otro método de preparación de los compuestos de es-
ta invención parte de una sal de 2-metil-2-tiopseudourea
tal como el sulfato o el hidrocioruro. Una representación
esquemática de este método es la indicada por las ecuacio-
nes 6 a 12.



1 ción 7a) para dar el compuesto 16. Una solución del com-
puesto 16 en un disolvente adecuado se trata con un alcó-
xido de metal alcalino para dar la sal 17 (Ecuación 8).
Una solución o suspensión del compuesto 17 en un disolven-
5 te seleccionado se hace reaccionar con un agente alquilan-
te para dar el compuesto 18 (Ecuación 9). Una suspensión
o solución del compuesto 18 en un disolvente seleccionado
se trata con una amina (6) para dar el compuesto 11. El
producto, una s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, puede ser aisla-
10 do por técnicas convencionales como las descritas anterior-
mente en la discusión de la Ecuación 5.

 Para preparar los compuestos de esta invención donde
R₂ es hidrógeno, se llevan a cabo las reacciones de las
Ecuaciones 11 y 12. El compuesto 17 se acidula con un ácido
15 mineral para formar el compuesto 19 (Ecuación 11) que des-
pués se hace reaccionar en la Ecuación 12 con una amina co-
mo se ha descrito antes para el compuesto 18. El producto
formado es una sal amínica 21 que puede ser utilizada en
los métodos de esta invención o puede ser acidulada para
20 dar el compuesto 22. Este último reaccionará con las bases
apropiadas (como amoniaco, dimetilamina y los hidróxidos
de litio, sodio, potasio y calcio) para dar las sales de
esta invención.

 Los disolventes que pueden ser utilizados en estas
25 reacciones son agua, tolueno, benceno, xilenos, monocloro-

1 benceno, nitrobenceno, cloruro de metileno, tricleno, per-
cleno o mezclas de estos disolventes orgánicos con agua,
es decir, no es necesario que el disolvente sea anhidro.

5 Con los disolventes anteriores es útil emplear una
relación de compuesto 14 a disolvente tal como 1:3 a 1:10,
preferiblemente de 1:3 a 1:6. Entre este grupo de disolven-
tes, los preferidos debido a su menor precio y mayor ade-
cuación para uso en este procedimiento son el agua, el
tolueno, el xileno y el benceno.

10 El disolvente más preferido para la conversión de
la Ecuación 6 es el agua. Pueden utilizarse mezclas de
agua y los disolventes orgánicos antes citados. Con los di-
solventes anteriores es conveniente utilizar una relación
de agua a disolvente orgánico comprendida entre 1:1 y 1:6
15 y todavía mejor entre 1:1 y 1:2.

El sistema de dos disolventes es el más preferido
para la reacción de la Ecuación 6a, ya que el isocianato 8
reacciona con el agua formando subproductos indeseables.

20 El rendimiento de producto 15a a partir de isocia-
nato puede ser gravemente reducido por estas reacciones se-
cundarias.

25 Las relaciones de compuestos 14:2 y 14:8 pueden ser
variadas entre 1:0,1 y 1:3, preferiblemente entre 1:0,8 y
1:2 y todavía mejor entre 1:1 y 1:1,3.

1 Las reacciones 6 y 6a pueden ser llevadas a cabo en
entre -10°C y 50°C , pero preferiblemente entre 0 y 30°C y
todavía mejor entre 0 y 25°C .

5 El pH en las reacciones 6, 6a y 7a puede oscilar
preferiblemente entre 6,5 y 11 y todavía mejor entre 7 y
8,5.

10 El orden de adición de los reactivos cloroformiato
de metilo e isocianato R_1NCO respecto a la adición de la
base acuosa puede ser variado. Pueden agregarse en primer
lugar el cloroformiato de metilo o el isocianato, seguido
de la base acuosa. Pero se prefiere la adición simultánea
del cloroformiato de metilo o del isocianato y la base
acuosa. La base puede estar seleccionada entre los hidróxi-
15 dos de litio, sodio y potasio. La concentración de la base
a agregar puede variar entre 10 y 50 % pero se prefiere la
concentración más alta de la base debido al menor volu-
men de reacción para una cantidad dada de producto.

20 Esta adición simultánea de cloroformiato de metilo
o isocianato R_1NCO y base acuosa al 50 % produce un mayor
rendimiento de producto 15 o 15a debido a las condiciones
controladas de pH y al menor tiempo de contacto con el
agua requerido para completar la reacción.

25 Las reacciones 7 y 7a se llevan a cabo preferible-
mente entre 0 y 50°C y todavía mejor entre 15 y 35°C .

La relación de cloroformiato de metilo a 15a puede

1 estar comprendida entre 1:1 y 4:1, preferiblemente entre
1,5:1 y 3:1 y todavía mejor entre 2:1 y 2,5:1. La rela-
ción de isocianato a 15 está comprendida preferiblemente
entre 1:1,1 y 1:1,5 y todavía mejor entre 1:1,05 y
5 1:1,15, con objeto de obtener un alto porcentaje de con-
versión del compuesto 15 en compuesto 16 sin utilizar un
exceso innecesario de isocianato o un tiempo de reacción
prolongado.

10 El tiempo requerido para casi completar la reacción
es preferiblemente de 0,5 a 12 horas para ambas Ecuaciones
6a y 7a y todavía mejor de 1 a 4 horas. El tiempo de reac-
ción depende de la naturaleza y de la cantidad de disol-
vente y sustancias reaccionantes, temperatura y tipo de
agitación utilizada.

15 El tiempo de reacción empleado en la adición del clo-
roformiato de metilo o del isocianato no es crítico y pue-
de variar entre 0,1 y 10 horas, preferiblemente entre 0,1
y 4 horas y todavía mejor entre 0,25 y 1,5 horas.

20 El compuesto 16 se trata preferiblemente con 0,6 a
1,3 equivalentes de un alcóxido de metal alcalino y toda-
vía mejor con 0,9 a 1,1 equivalentes. El alcóxido puede
ser utilizado en forma de base pura o preferiblemente en
forma de solución en un disolvente adecuado y todavía me-
25 jor como solución al 15-35 % en el alcohol correspondien-
te.

1 La solución de compuesto 15 puede ser ciclada a compuesto 17 mediante el uso de un hidróxido de metal alcalino, pero debe agregarse un disolvente alcohólico para disolver el hidróxido antes de que se produzca la ciclación.

5 La ciclación del compuesto 16 a compuesto 17 (Ecuación 8) tiene lugar preferiblemente entre 25 y 70°C pero todavía mejor entre 45 y 70°C.

10 La separación del disolvente para dar una suspensión de compuesto 17 puede realizarse bajo presión reducida o a la presión atmosférica, a una temperatura de 20 a 135°C pero mejor entre 25 y 50°C bajo presión reducida y entre 65 y 100°C a la presión atmosférica.

15 La alquilación del compuesto 17 (Ecuación 9) con un agente alquilante 4 (Z = halógeno, sulfato de alquilo) puede llevarse a cabo en un disolvente como agua, tolueno, benceno, xileno, clorobenceno, nitrobenceno, acetonitrilo, tricleno o percleno.

20 El disolvente preferido es el agua debido a su menor precio de coste, a la sencillez de la operación y a la facilidad de aislamiento del producto 18. En este caso el producto puede ser aislado por filtración y secado o puede ser empleado directamente como sólido húmedo en la siguiente reacción por suspensión en un disolvente orgánico y separación del agua por destilación azeotrópica.

25

1

Cuando se utiliza un sulfato de dialquilo para alquilar el compuesto 17, el pH de la solución o suspensión acuosa debe mantenerse preferiblemente entre 7 y 11,5 y todavía mejor entre 9 y 10,5 para evitar la acidulación del compuesto 17 para dar el compuesto 18 donde R_2' es H.

5

La relación de agente alquilante a compuesto 17 es preferiblemente de 0,8:1 a 1,5:1 pero todavía mejor de 1,1-1,3:1. La reacción puede efectuarse a una temperatura de 15 a 135°C si se emplea un disolvente orgánico y todavía mejor entre 25 y 80°C.

10

Cuando se emplea agua como disolvente, el intervalo de temperatura preferido es de 15-80°C y el más preferido de 25-40°C.

15

La conversión de la 6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona (compuesto 18) en la 6-amino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona 11 puede ser efectuada preferiblemente en un disolvente seleccionado entre tolueno, xileno, benceno, monoclorobenceno, tricleno, percleno, nitrobenceno, cloruro de metileno y 1,2-dicloroetano. El disolvente más preferido es el tolueno.

20

La relación preferida de compuesto 18 a la amina es de 1:1 a 1:6 y todavía mejor, debido a que la conversión en 11 es completa y a que se requiere un tiempo de reacción más corto, es la comprendida entre 1:2 y 1:3. La amina en ciertos casos seleccionados puede ser utilizada co-

25

1 mo disolvente.

La conversión del compuesto 18 en compuesto 11 puede ser efectuada a temperaturas comprendidas entre 5° y 135°C pero preferiblemente entre 25° y 60°C.

5 Los siguientes ejemplos ilustran los métodos de las Ecuaciones 6 a 12.

EJEMPLO 3

A. Síntesis de N-(1-amino-1-metiltiometilen)carbamato de metilo (Ecuación 6)

10 A una solución de 69,5 partes de sulfato de 2-metil-2-tiopseudourea y 47 partes de cloroformiato de metilo en 1000 partes de agua a 0° se añaden gota a gota 56,9 partes de hidróxido potásico en 200 partes de agua. La mezcla de reacción se agita a la temperatura ambiente durante 3 ho-
15 ras y después se extrae con cloruro de metileno. Se seca el extracto en cloruro de metileno y el disolvente se evapora en un evaporador rotatorio para dar 45 partes de N-(1-amino-1-metiltiometilen)carbamato de metilo, p.f. 72-77°.

20 B. Síntesis de 4-isopropil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanidato de metilo (Ecuación 7)

Se agitan durante la noche 74 partes de N-(1-amino-1-metiltiometilen)carbamato de metilo y 47 partes de isocianato de isopropilo en 300 partes de cloruro de metileno. El disolvente se evapora en un evaporador rotatorio
25

1 para dar 113,6 partes de 4-isopropil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo, p.f. 129-132°.

Análogamente se preparan los compuestos de la Tabla V.

5 TABLA V

- 4-ciclopentil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 4-ciclohexil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo, p.f. 85-86°
- 10 4-(2-metilciclohexil)-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 4-(3-metilciclohexil)-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 4-cicloheptil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 15 4-(3,5-dimetilciclohexil)-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 4-fenil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 4-(p-clorofenil)-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo, p.f. 127-128°
- 20 4-(3-clorociclobutil)-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo, p.f. 173-174,5°
- 4-(1-metilciclopentil)-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 4-(p-metiltiofenil)-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo
- 25

1 4-ciclohexilmetil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo, p.f. 132-134°

4-norbornil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo.

5 C. Síntesis de 3-isopropil-6-metiltio-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona (Ecuaciones 8 y 11)

Se calientan a reflujo durante 1 hora 100 partes de 4-isopropil-N-metoxicarbonil-1-tioalofanimidato de metilo con 27 partes de metóxido sódico en 200 partes de metanol. El metanol se destila en un evaporador rotatorio y el residuo se disuelve en 200 partes de agua. La solución acuosa se neutraliza con ácido clorhídrico, se filtra el sólido y se seca para dar 55 partes de 3-isopropil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 188-190°.

15 Por el método anterior los tioalofanimidatos apropiados pueden ser ciclados a las triazindionas ilustradas a continuación.

TABLA VI

3-(terc-butil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
3-(sec-butil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
20 3-ciclohexil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 255-257°
3-ciclopentil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 201-204°
3-(p-clorofenil)-6-metiltio-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona,
25 p.f. 292-295°

- 1 3-(m-clorofenil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 192-195,5°
- 3-(3,4-dimetilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 5 3-(4-terc-butilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 3-(2-metilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-2,4-(1H,3H)-
diona
- 3-(3-metilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 10 3-cicloheptil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 3-fenil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 235-245°
- 3-(3-clorociclobutil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-dio-
na, p.f. 167-169°
- 3-(1-metilciclopentil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
15 diona, p.f. 192-195,5°
- 3-ciclohexilmetil-6-metiltio-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona,
p.f. 177,5-178°
- 3-(2-norbornil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona.
- 20 D. Síntesis de 1-metil-3-isopropil-6-metiltio-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona (Ecuación 9)

25 A una solución de 32 partes de metóxido sódico en
400 partes de metanol se añaden 132 partes de 3-isopropil-
6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona. La solución se eva-
pora a vacío y el sólido blanco se tritura con cloruro de
metileno y se filtra para dar 110 partes de 3-isopropil-

1 6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona sódica, p.f. superior a 300°.

5 Se calientan a reflujo durante la noche 80 partes de 3-isopropil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona sódica y 49 partes de yoduro de metilo en 700 partes de acetonitrilo. Se evapora el disolvente y el residuo se disuelve en cloruro de metileno. La solución en cloruro de metileno se lava con agua, se seca y evapora para dar, después de recristalización de 1-clorobutano/hexano, 54 partes de 1-metil-3-isopropil-6-metiltio-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, p.f. 74-77°.

10 Por el procedimiento anterior, utilizando la 5-metiltio-s-triazindiona, apropiada, pueden prepararse diversos compuestos ilustrados a continuación.

15 TABLA VII

1-metil-3-(3-clorobutil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona

1-metil-3-ciclopentil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 80-83°

20 1-metil-3-ciclohexil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 135-137°

1-metil-3-(2-metilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, p.f. 98-100°

25 1-metil-3-(3-metilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5372

- 1 1-metil-3-cicloheptil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 98-101°
- 1-metil-3-(1-metilciclopentil)-6-metiltio-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 84-86°
- 5 1-metil-3-ciclohexilmetil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 102,5-104°
- 1-metil-3-(2-norbornil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 1-metil-3-fenil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 232,5-233°
- 10 1-metil-3-(p-clorofenil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 146,5-148,5°
- 1-metil-3-(m-clorofenil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 297-297,5°
- 15 1-metil-3-(terc-butil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 1-metil-3(sec-butil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 1-metil-3-(3,5-dimetilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5400
- 20 1-metil-3-(terc-butilciclohexil)-6-metiltio-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(p-metiltiofenil)-6-metiltio-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 193-195°.

25

1. E. Síntesis de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
5. (1H,3H)-diona (Ecuación 12)

En una bomba, se calientan a 150°, durante 3 horas, 10 partes de 3-isopropil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, 10 partes de dimetilamina y 50 partes de dioxano. La mezcla de reacción se enfría y filtra para dar 5 partes de sólido crudo después de filtrar. El producto crudo se recristaliza de acetonitrilo dando 2 partes de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona dimetilamónica, p.f. 213-215°.

10. A 2 partes de la sal anterior se añaden 10 partes de ácido clorhídrico 1 N. La solución se extrae con cloroformo y el extracto clorofórmico se seca y evapora para dar 1 parte de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, p.f. 213-214°.

15. F. Síntesis de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona sódica

20. A 6 partes de metóxido sódico en 60 partes de metanol se añaden 20 partes de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona. La solución se destila y el residuo se tritura con éter para dar, después de filtrar, 18 partes de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona sódica, p.f. superior a 300°.

25. Utilizando los procedimientos anteriores, pueden prepararse la 6-alquilamino-s-triazinas y sus sales. A

1 continuación se incluyen algunos ejemplos.

TABLA VIII

- 3-(terc-butil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
5 p.f. 279° (desc.)
3-(terc-butil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 206-209°
3-(sec-butil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 161-164°
10 3-(n-butil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
3-ciclohexil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
3-(p-clorofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 265-267°
3-(3-pentil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
15 p.f. 148-151°
3-(3,4-dimetilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 234-237°
3-(4-terc-butilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 283-285°
20 3-(2-metilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
3-(3-metilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
3-cicloheptil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
25 3-fenil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona

- 1 3-(1-metilciclopentil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 3-ciclohexilmetil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 3-(2-norbornil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 5 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f.
213-214°
- Sal de dimetilamina de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-tria-
zina-2,4(1H,3H)-diona
- Sal de litio de 3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazina-2,4
10 (1H,3H)-diona, p.f. superior a 300°
- Sal semicálcica de 3-isopropil-6-metilamino-s-triazina-2,4
(1H,3H)-diona, p.f. superior a 300°
- Sal sódica de 3-isopropil-6-metilamino-s-triazina-2,4 (1H,3H)
-diona, p.f. superior a 300°
- 15 Sal amónica de 3-isopropil-6-metilamino-s-triazina-2,4(1H,3H)
-diona
- Sal potásica de 3-isopropil-6-metilamino-s-triazina-2,4
(1H,3H)-diona
- 20 G. Síntesis de 1-metil-3-isopropil-6-dimetilamino-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona, (Ecuación 10)
- Una solución de 10 partes de 1-metil-3-isopropil-6-
metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona en 100 partes de te-
trahidrofurano a 0° se satura con dimetilamina. La mezcla
de reacción se deja calentar a la temperatura ambiente
25 y en reposo durante la noche. Se evapora el disolvente y

1 el residuo se tritura con éter para dar 9 partes de
1-metil-3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 104-106°.

EJEMPLO 4

5 Método modificado para compuestos con un grupo voluminoso
en la posición 3 (R₁ en la Fórmula I), utilizando cloro-
tiolformiato de metilo

1-Metil-3-(terc-butil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona [Ecuaciones 6a, 7a(modificada), 8, 9 y 10]

10 A una solución de 278 partes de sulfato de 2-metil-
2-tiopseudourea en 2000 partes de metanol acuoso al 50 %
a 0° se añaden gota a gota 176 partes de hidróxido sódico
al 50 %, seguido de 180 partes de isocianato de terc-buti-
lo en 400 partes de tetrahidrofuranó. La solución es par-
cialmente evaporada en un evaporador rotatorio y la sus-
15 pensión se filtra para dar, después de seca, 180 partes de
4-(terc-butil)-1-tioalofanimidato de metilo, p.f. 102-104°.

A una solución de 113,4 partes del compuesto ante-
rior y 80 partes de trietilamina en 1000 partes de cloru-
ro de metileno a 0° se añaden gota a gota 66 partes de
20 clorotiolformiato de metilo en 100 partes de cloruro de
metileno. La solución se agita durante la noche, se lava
una vez con agua, se seca y evapora para dar 76 partes de
4-(terc-butil)-N-metiltiolcarbonil-1-tioalofanimidato de
metilo, p.f. 102-105°.

25 Se calientan a reflujo durante 1 hora 50 partes del

1 compuesto anterior con 50 partes de metóxido sódico en 500 partes de metanol. Después se enfría la mezcla de reacción y el metanol se destila en un evaporador rotatorio. El residuo se lava con éter para dar 30 partes de 3-(terc-butil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona sódica.

5 Se calientan a reflujo durante la noche 24 partes de 3-(terc-butil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona sódica y 15,5 partes de yoduro de metilo en 200 partes de acetónitrilo. Se evapora el disolvente y el residuo se disuelve en cloruro de metileno. La solución en cloruro de metileno se lava con agua, se seca y evapora para dar, después de recrystalizar de 1-clorobutano, 15 partes de 10 1-metil-3-(terc-butil)-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 138-140°.

15 Una solución de 5 partes del material anterior en 50 partes de tetrahidrofurano a 0° se satura con dimetilamina. La mezcla de reacción se deja calentar a la temperatura ambiente y en reposo durante la noche. Se evapora el disolvente y el residuo se tritura con éter para dar 4 partes de 1-metil-3-(terc-butil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 161-163°.

EJEMPLO 5

A. Preparación de 1-metil-3-ciclohexil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, (Ecuaciones 6, 7, 8 y 9)

25 A una solución de 56 partes de sulfato de 2-metil-2-tiopseudourea en 300 partes de agua a 0° se añaden gota

1

a gota y simultáneamente 37,5 partes de cloroformiato de metilo y 62 partes de solución acuosa al 50 % de hidróxido sódico. El cloroformiato de metilo se agrega durante media hora y la solución acuosa de hidróxido sódico al 50 % a medida que sea necesaria para mantener el pH de la masa de reacción en 8,5. Una vez completada las adiciones, la mezcla de reacción se lleva a la temperatura ambiente (25-28°) y se mantiene así durante 2 horas.

5

10

A esta suspensión de 1-carbometoxi-2-metil-2-tio-pseudourea a 25-28° se añaden 300 partes de tolueno. Se agregan 44 partes de isocianato de ciclohexilo a lo largo de media hora y después se agita a 25-30° durante 2 horas más. Entonces se separa la capa toluénica y se añaden 76 partes de una solución de metóxido sódico al 25 %. Después la solución se calienta a reflujo durante 1 hora (65-70°) y a continuación se destila una mezcla de metanol-tolueno hasta que se alcanza una temperatura del calderín de 88-90°.

15

20

Esta suspensión toluénica de sal sódica de 3-ciclohexil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona se agita después con 650 partes de agua durante 0,15 horas. Se separa la capa acuosa y se hace reaccionar a 25-30°, durante 0,25 horas, con 57 partes de sulfato de dimetilo. Después de haber agregado el sulfato de dimetilo, el pH de la reacción se mantiene en 9-9,5 mediante adición de un to-

25

1 tal de 7,5 partes de solución acuosa de hidróxido sódico
co al 50 %. El tiempo de reacción total es de 1,8 horas,
en cuyo momento por filtración y secado se obtienen 70
partes de 1-metil-3-ciclohexil-6-metiltio-s-triazin-2,4-
5 (1H,3H)-diona blanca, p.f. 137-139°.

B. Preparación de 1-metil-3-ciclohexil-6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona (Ecuaciones 6a, 7a, 8 y 9)

A una solución de 70 partes de sulfato de 2-metil-
2-tiopseudourea en 375 partes de agua y 400 partes de to-
luego a 10° se añaden, a lo largo de 1 hora, 62,5 partes
de isocianato de ciclohexilo. El pH se mantiene a 8,5 por
adición de 80 partes de solución acuosa de hidróxido sódico
al 50 % a lo largo de 1-1,5 horas. El sistema bifásico
se hace reaccionar después con 99 partes de cloroformato
de metilo y 84 partes de solución acuosa de hidróxido
sódico al 50 % durante 1 hora. La temperatura se man-
tiene a 25-30°. Una vez completada la adición, la mezcla
de reacción se agita a 25-28° durante 3 horas más. Se se-
para la capa toluénica y se trata como en el Ejemplo 5A
para dar 76 partes de 1-metil-3-ciclohexil-6-metiltio-s-
triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 136-138°.

C. Preparación de 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona (Ecuación 10)

Una suspensión de 300 partes de 1-metil-3-ciclohexil-
6-metiltio-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona en 887 partes de to-

1 lueno se agita a 25-30°, durante 3 horas, con 150 partes
de dimetilamina. Se destila el tolueno de la mezcla de
reacción hasta que se alcanza una temperatura del calderín
de 125°. La masa de reacción se enfría a 50°, en cuyo mo-
5 mento se agregan 480 partes de hexano a lo largo de 0,66
horas. La suspensión se filtra a 25° para dar 282 partes
de 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 110-115°.

10 Las siguientes aminotriazindionas pueden ser prepa-
radas por los procedimientos de los Ejemplos 3, 4 y 5
utilizando las sustancias reaccionantes apropiadas.

TABLA IX

1-metil-3-etil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 104-106°
15 1-metil-3-propil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-dio-
na, p.f. 106-109°
1-metil-3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 104-106°
1-metil-3-isobutil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
20 diona, p.f. 87-89°
1-metil-3-(w-ciclopenten-1-il)metil-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-butil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-dio-
na, p.f. 63-65°
25

- 1 1-metil-3-(sec-butil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, n_D^{25} 1,5198
- 1-metil-3-isobutil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 87-89°
- 5 1-metil-3-(terc-butil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 161-163°
- 1-metil-3-neopentil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 141-144°
- 10 1-metil-3-hexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
 n_D^{25} 1,5130
- 1-metil-3-heptil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-dio-
na
- 1-metil-3-(2-etilhexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 15 1-metil-3-alil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 74-75°
- 1-metil-3-(2-metilil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 20 1-metil-3-propargil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 1-metil-3-(1-metilpropin-2-il)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(1-hexen-3-il)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 25

- 1 1-metil-3-(2-hexenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
1-metil-3-(1-hexin-3-il)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 5 1-metil-3-(3,4-diclorofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 211-212°
1-metil-3-(2,5-diclorofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 191-194°
- 10 1-metil-3-(p-clorofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 238-239°
1-metil-3-(m-clorofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 141-143°
1-metil-3-(o-clorofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 205-207°
- 15 1-metil-3-(2-cicloocten-1-ilmetil)-6-dimetilamino-s-
triazin-2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(m-fluorfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 157-159°
- 20 1-metil-3-(o-fluorfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 179-182°
1-metil-3-(p-fluorfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
1-metil-3-(3-cloro-4-fluorfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 25

- 1 1-metil-3-(3-cloro-6-metilfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 155-157°
- 1-metil-3-(3-cloro-4-metilfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 189,5-190,5°
- 5 1-metil-3-[m-(trifluormetil)fenil]-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 144-148°
- 1-metil-3-(m-nitrofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, p.f. 207-209°
- 10 1-metil-3-fenil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 208-210°
- 1-metil-3-(o-tolil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(m-tolil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 159-162°
- 15 1-metil-3-(p-tolil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 237-240°
- 1-metil-3-(3,4-xilil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(p-etilfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona
- 20 1-metil-3-(p-isopropilfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 189-191°
- 1-metil-3-(3-cloro-4-metilfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)diona, p.f. 189,5-190,5°.
- 25

- 1 1-metil-3-(3-cloro-4-isopropilfenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(p-bromofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona
- 5 1-metil-3-[p-(terc-butil)fenil]-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(p-metoxifenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona.
- 10 1-metil-3-(biciclo [4.4.0]dec-2-en-1-il)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(biciclo [4,4.0]dec-2-en-1-ilmetil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona
1-metil-3-(p-metiltiofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 15 1-metil-3-(p-etoxifenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona
1-metil-3-(3-cloro-4-nitrofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 20 1-metil-3-[4-cloro-3-(trifluormetil)fenil]-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(2,4,5-triclorofenil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(3-metoxipropil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona
- 25

- 1 1-metil-3-(3-etoxipropil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(2-metoxietil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 5 1-metil-3-(3-metiltiopropil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(2-etiltioetil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 10 1-metil-3-(2-ciclopenten-1-il)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(2-ciclohexen-1-il)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(3-ciclohexen-1-il)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4-(1H,3H)-diona
- 15 1-metil-3-(2-cicloocten-1-il)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(5-norbornen-2-il)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 20 1-metil-3-ciclopentilmetil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-ciclooctilmetil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(3-ciclohexen-1-ilmetil)-6-dimetilamino-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona
- 25

- 1 1-metil-3-(2-norbornilmetil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(5-norbornen-1-ilmetil)-6-dimetilamino-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona
- 5 1-metil-3-ciclobutil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
1-metil-3-(1-metilciclopentil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 104-106°
- 10 1-metil-3-ciclopentil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-
diona, p.f. 126-129°
1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 101,5-104°
1-metil-3-(2-metilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 125-126,5°
- 15 1-metil-3-(3-metilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 91-93°
1-metil-3-(1-metilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 20 1-metil-3-(4-metilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
1-metil-3-(2,4-dimetilciclohexil)-6-dimetilamino-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 120-122°
1-metil-3-(3,4-dimetilciclohexil)-6-dimetilamino-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5288
- 25

- 1 1-metil-3-(2,6-dimetilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5244
- 1-metil-3-(2,3-dimetilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5283
- 5 1-metil-3-(4-metoxiciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5305
- 1-metil-3-(4-etoxiciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 10 1-metil-3-cicloheptil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 116-118°
- 1-metil-3-ciclooctil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 133-133,5°
- 1-metil-3-(3-clorociclobutil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 160°
- 15 1-metil-3-(2-clorociclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(4-clorociclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 20 1-metil-3-(2-bromociclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(3,4-diclorociclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(2,3-diclorociclociclopentil)-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 25

- 1 1-metil-3-(2,3,4,6-tetrametilciclohexil)-6-dimetilamino-
s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(3,3,5,5-tetrametilciclohexil)-6-dimetilamino-
s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 5 1-metil-3-(4-isopropilciclohexil)-6-dimetilamino-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 128-130°
- 1-metil-3-(2-decahidronaftil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 10 1-etil-3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 63-65°
- 1-propil-3-isopropil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, n_D^{25} 1,5056
- 1-etil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, n_D^{25} 1,5279
- 15 1-metil-3-(1-etilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4-(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(1-butilciclohexil)-6-dimetilamino-s-triazin-
2,4-(1H,3H)-diona
- 20 1-metil-3-(2,4,6-trimetilciclohexil)-6-dimetilamino-s-
triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-etil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 206-207°
- 1-metil-3-(sec-butil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 199-200°

25

- 1 1-metil-3-(terc-butil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 235-235,5^o
- 1-metil-3-fenil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 293-296^o
- 5 1-metil-3-(p-clorofenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. superior a 300^o
- 1-metil-3-(3,4-diclorofenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. superior a 300^o
- 1-metil-3-(o-clorofenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
10 diona, p.f. superior a 300^o,
- 1-metil-3-(o-fluorfenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. superior a 300^o
- 1-metil-3-(m-nitrofenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. superior a 300^o
- 15 1-metil-3-(m-trifluormetilfenil)-6-metilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 241-243^o
- 1-metil-3-isopropil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 223-224^o
- 1-etil-3-isopropil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
20 diona, p.f. 240-241^o
- 1-propil-3-isopropil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 166-167^o
- 1-propil-3-(p-clorofenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
25 (1H,3H)-diona, p.f. 261-263^o

- 1 1-metil-3-cicloheptil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 273-274^o
- 1-metil-3-ciclopentil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 220-221,5^o
- 5 1-metil-3-ciclooctil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. superior a 300^o
- 1-metil-3-(2-metilciclohexil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, p.f. 246-248,5^o
- 10 1-metil-3-neopentil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 253-255^o
- 1-etil-3-ciclohexil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 226-227^o
- 1-metil-3-(3-metilciclohexil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, p.f. 255-258^o
- 15 1-metil-3-(m-tolil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 280-282^o
- 1-metil-3-(3-cloro-p-tolil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 321,5-322,5^o
- 20 1-metil-3-(2-metil-5-clorofenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 268-270^o
- 1-metil-3-(3-pentil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 179-182^o
- 1-metil-3-(3,4-dimetilciclohexil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 295-298^o
- 25

- 1 1-metil-3-(p-isopropilfenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,
3H)-diona, p.f. 284-286°
- 1-metil-3-(2,3-dimetilciclohexil)-6-metilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 223-225°
- 5 1-metil-3-(2,4-dimetilciclohexil)-6-metilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 214-216°
- 1-metil-3-(4-isopropilciclohexil)-6-metilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona, p.f. 298-300°
- 1-metil-3-(3,5-dimetilciclohexil)-6-metilamino-s-triazin-
10 2,4(1H,3H)-diona, p.f. 250-252°
- 1-metil-3-(1-metilciclopentil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 236-238°
- 1-metil-3-(3-clorociclobutil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 235-236°
- 15 1-metil-3-octil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
p.f. 89-91°
- 1-metil-3-(p-metiltiofenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona, p.f. 314-317°
- 1-metil-3-(2-metil-4-clorofenil)-6-metilamino-s-triazin-
20 2,4(1H,3H)-diona, p.f. 293-295°
- 1-metil-3-(p-tolil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 237-240°
- 1-metil-3-isobutil-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona,
25 p.f. 206-209°

- 1 1-metil-3-(1-decahidronaftil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(2-ciclopentenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 5 1-metil-3-(2-ciclooctenil)-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-ciclopropilmetil-6-metilamino-s-triazin-2,4-
(1H,3H)-diona
- 10 1-metil-3-(3-metil-4-metoxifenil)-6-metilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(3-metil-4-butoxifenil)-6-metilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(2-metil-4-metiltiofenil)-6-metilamino-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 15 1-metil-3-(2,4-xilil)-6-metilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona
- 1-metil-3-ciclohexil-6-etilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-dio-
na, p.f. 209-211^o
- 20 1-metil-3-ciclohexil-6-isopropilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 213-215^o
- 1-metil-3-etil-6-(terc-butilamino)-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 182-183,5^o
- 25 1-metil-3-isopropil-6-isopropilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-
diona, p.f. 181-184^o

- 1 1-metil-3-isopropil-6-propilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 158-161°
- 1-metil-3-isopropil-6-(terc-butilamino)-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 185-186,5°
- 5 1-metil-3-isopropil-6-alilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 143,5-145°
- 1-metil-3-isopropil-6-propargilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5520
- 10 1-etil-3-(2-metil-tiobutil)-6-alilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-etil-3-isopropil-6-etilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, p.f. 170-173°
- 1-metil-3-isopropil-6-dietilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5129
- 15 1-metil-3-isopropil-6-(N-butil-N-metilamino)-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5182
- 1-metil-3-ciclohexil-6-(N-metil-N-propilamino)-s-triazin-2,4-(1H,3H)-diona, n_D^{25} 1,5335
- 20 1-metil-3-ciclohexil-6-(N,0-dimetilhidroxiamino)-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-ciclopentil-6-(N,0-dimetilhidroxiamino)-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona
- 25 1-metil-3-(2-norbornil)-6-(N-metil-N-etilamino)-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona

- 1 1-metil-3-(2-metoxietil)-6-(N-butil-N-etilamino)-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-(2-etoxibutil)-6-(N-butil-N-metilamino)-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 5 1-metil-3-(2-etiltiopropil)-6-(N-butil-N-metilamino)-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-etil-3-ciclohexil-6-[N-metil-N-(2-butenil)amino]-s-triazin-
2,4(1H,3H)-diona
- 10 1-etil-3-(2-clorociclohexil)-6-(N-metil-N-etilamino)-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-metil-3-ciclohexil-6-[N-metil-N-(2-butinil)amino]-s-tria-
zin-2,4(1H,3H)-diona
- 1-etil-3-(2-bromociclohexil)-6-(N-metil-N-etilamino)-s-
triazin-2,4(1H,3H)-diona. |

15 Preparados y uso de los compuestos

Los compuestos de fórmula I son útiles para controlar la vegetación indeseable. Pueden ser utilizados siempre que se requiera un control general de la maleza, por ejemplo en zonas industriales, servidumbres de paso de ferrocarriles y zonas adyacentes a terrenos de cultivo en áreas agrícolas.

25 La cantidad exacta de 6-aminotriazindionas a utilizar en cualquier situación dada variará con el resultado final particular deseado, la aplicación implicada, la planta

1 y el terreno implicados, el preparado utilizado, la forma
de aplicación, las condiciones atmosféricas preva-
lentes, la densidad de follaje y factores similares. Como hay tan-
tas variables, no es posible indicar una proporción de apli-
5 cación adecuada para todas las situaciones. En términos
amplios, los compuestos de esta invención se utilizan a ni-
veles de unos 0,5 kg/Ha a unos 25 kg/Ha.

Los compuestos de fórmula I pueden ser combinados
con otros herbicidas y son especialmente útiles en combina-
10 ción con bromacil [3-(sec-butil)-5-bromo-6-metiluracilo],
diuron [3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea], paraquat (ión
1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio), terc-butilcarbamato de
m-(3,3-dimetilureido)fenilo, 4-amino-6-terc-butil-3-metil-
tio-as-triazin-5(4H)-ona y las s-triazinas como 2-cloro-4-
15 etilamino-6-isopropilamino-s-triazina, para controlar un am
plio espectro de malas hierbas.

Los compuestos de fórmula I pueden ser formulados
por los diversos métodos convencionales en los herbicidas
de propiedades físicas similares. Los preparados útiles
20 comprenden polvos mojables y solubles, suspensiones y solu-
ciones en disolventes y aceites, dispersiones acuosas, pol-
vos finos, gránulos esféricos y cilíndricos y composiciones
de gran concentración. En términos amplios, estos prepara-
dos están constituidos esencialmente por alrededor de 1 a
25

1 99 % en peso de material herbicidamente activo (compre-
 diendo por lo menos un compuesto de fórmula I en una canti-
 dad herbicidamente efectiva) y por lo menos uno de los si-
 guientes ingredientes: a) alrededor de 0,1 a 20 % en peso
 5 de agente tensoactivo y b) alrededor de 5 a 99 % en peso de
 un diluyente sólido o líquido. Más específicamente, los di-
 versos tipos de preparados contendrán en general estos in-
 gredientes en las siguientes proporciones aproximadas.

	Porcentaje en peso		
	Herbicida	Diluyente	Agente tenso-activo
10 Polvos mojables	25-90	0-74	1-10
Suspensiones o solu- ciones	5-50	40-95	0-10
Dispersiones acuosas	10-50	40-89	1-10
15 Polvos finos	1-25	70-99	0-5
Gránulos esféricos y cilíndricos	1-35	65-99	0-15
Composiciones de gran concentración	90-99	0-10	0-2

20 Los porcentajes reales que pueden ser utilizados
 con un compuesto particular de fórmula I dependerán de sus
 propiedades físicas.

25 La forma de preparar y utilizar estos preparados
 herbicidas ha sido descrita en numerosas patentes. Véanse,
 por ejemplo, las patentes estadounidenses núms. 3.309.192,
 de Luckenbaugh, 3.235.357 de Loux, 2.655.445 de Todd,

1 2.863.752 de Hamm y colaboradores, 3.079.244 de Scherer y
colaboradores, 2.891.855 de Gysin y colaboradores y
2.642.354 de Barrous.

5 Muchos de los compuestos de esta invención poseen
una solubilidad en agua desusadamente alta, de hasta va-
rios porcentajes. Esto resulta ventajoso, por ejemplo, en
el control de breñales y otra maleza perenne de raíces
profundas. Un ejemplo de un compuesto muy soluble en agua

10 de esta invención es la 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-
s-triazin-2,4(1H,3H)-diona; este compuesto presenta una solu-
bilidad en agua del orden del 3,2 % a 25°C.

EJEMPLO 7

Solución

15 1-Metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-	
2,4(1H,3H)-diona	37 %
Eter monobutílico de etilenglicol	35
Metanol	9
Agua	19

20 Los ingredientes se combinan y agitan para producir
una solución que puede ser diluída con agua para su pulveri-
zación.

EJEMPLO 8

Polvo mojable

25 1-Metil-3-ciclopentil-6-dimetilamino-s-triazin-

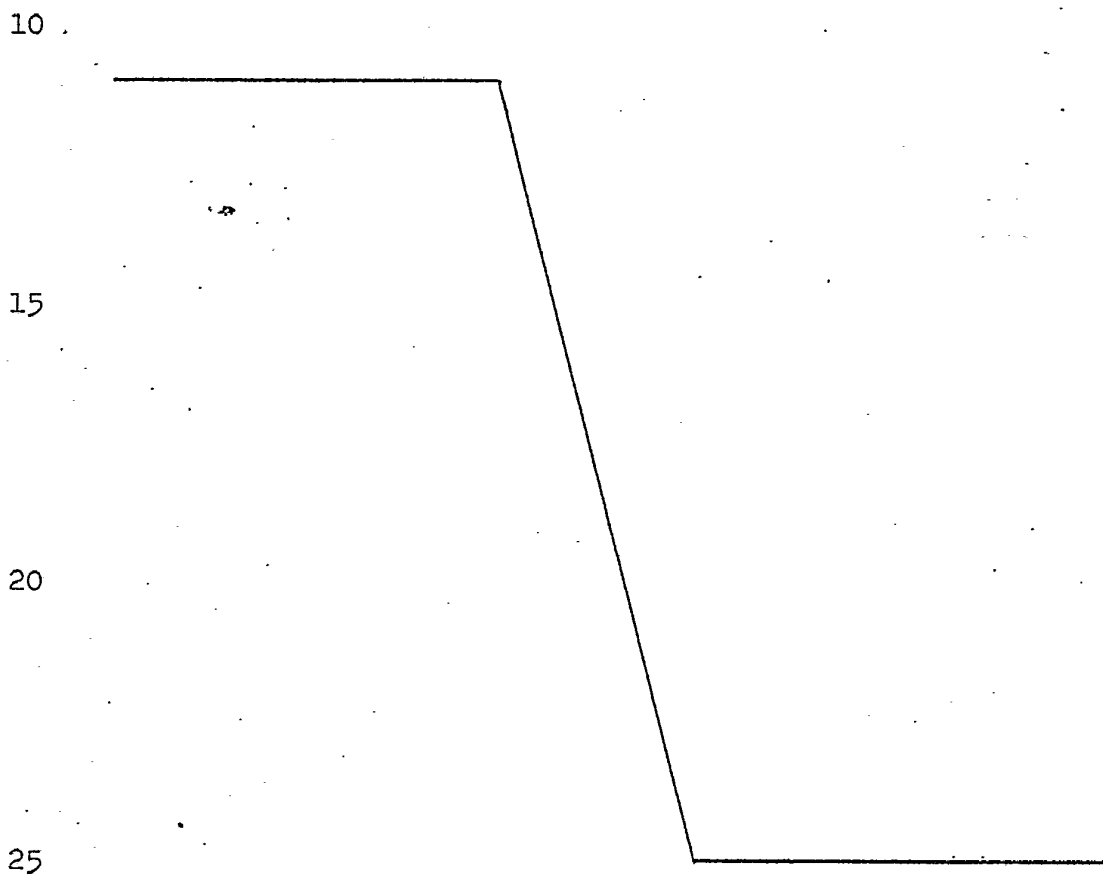
1	2,4(1H,3H)-diona	25 %
	Tierra de diatomeas	71,5
	Dioctilsulfosuccinato sódico	1,5
	Metilcelulosa de baja viscosidad	2

5 Los ingredientes se mezclan íntimamente y se pasan por un molino de martillos para producir partículas la mayoría de ellas con un tamaño inferior a 100 micras.

La actividad herbicida de los compuestos de esta invención fue descubierta en un ensayo en invernadero. En este ensayo, se sembraron en un medio de cultivo unas semillas de garranchuelo (Digitaria sp.), cerreig (Echinochloa crusgalli), avena loca (Avena fatua), juncia (Cyperus rotundus), Cassia tora, ipomea (Ipomoea sp.), mostaza (Brassica sp), rábano (Raphanus sp.), clavel chino (Tagetes sp.), acedera crispada (Rumex crispus) y tubérculos de juncia y se sometieron a un tratamiento de pre-emergencia en dos proporciones (2,2 y 0,44 kg/Ha) con los productos químicos disueltos en un disolvente no fitotóxico. Al mismo tiempo recibieron un tratamiento de post-emergencia, a razón de 2,2 kg/Ha, unas plantitas de cañota (Sorghum halepense) de cuatro hojas, garranchuelo y cerreig con tres hojas y juncia (Cyperus rotundus) procedente de tubérculos, con dos hojas. Las plantas tratadas y los controles se mantuvieron en el invernadero durante 16 días y después todas las especies se compararon con los controles y se clasificaron vi-

1. sualmente sus respuestas al tratamiento. Se realizó una clasificación cuantitativa sobre una escala de 0 a 10; una clasificación de 10 significa destrucción completa y una clasificación de 0 significa que no se ha causado ningún daño.

5. También se realizó una clasificación cualitativa (tipo de daño); la letra "C" indica clorosis y la letra "G" indica retraso del crecimiento. Las clasificaciones en este ensayo para algunos compuestos preferidos de la invención fueron las siguientes:



Comuesto	kg/Ha	Post-emergencia						Pre-emergencia									
		jun cia	caso ta	garrin chuelo	cercis cercis	jun cia	caso ta	garrin chuelo	cercis cercis	jun cia	caso ta	garrin chuelo	cercis cercis				
1	2,2 0,44	60	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
5	2,2 0,44	0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
10	2,2 0,44	30	70	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
15	2,2 0,44	80	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
20	2,2 0,44	90	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

	Compuesto	kg/Ha	Post-emergencia				garran	
			jun cia	caño ta	garran chuelo	cerreig	chuelo	ce:
1	1-metil-3-isopropil 6-dimetilamino-s- triazin-2,4(1H,3H)- diona	2,2 0,44	6C	10C	10C	10C	10C	10C
5	3-isopropil-6-dime- tilamino-s-triazin- 2,4(1H,3H)-diona	2,2 0,44	0	10C	10C	10C	10C	10C
	1-metil-3-isopropil 6-metilamino-s-tria zin-2,4(1H,3H)-diona	2,2 0,44	3G	7C	10C	10C	10C 9C	10C 10C
10	1-metil-3-sec-butil- 6-dimetilamino-s-tria zin-2,4(1H,3H)-diona	2,2 0,44	7C	10C	10C	10C	10C 9C	10C 10C
	1-metil-3-ciclohexil- 6-dimetilamino-s-tria zin-2,4(1H,3H)-diona	2,2 0,44	8C	10C	10C	10C	9C 10C	10C 10C
15	1-metil-3-(3-clorofe nil)-6-dimetilamino- s-triazin-2,4(1H,3H)- diona	2,2 0,44	9C	10C	10C	10C	10C 10C	10C 10C
	1-metil-3-ciclopentil- 6-dimetilamino-s-tria zin-2,4(1H,3H)-diona	2,2 0,44	9C	10C	10C	10C	10C 10C	10C 10C
20	1-metil-3-(2-metilci- clohexil)-6-dimetil- amino-s-triazin-2,4- (1H,3H)-diona	2,2 0,44	9C	10C	10C	10C	10C 10C	10C 10C

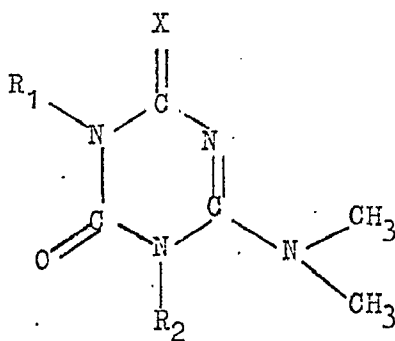
1	Compuesto	kg/Ha	Post-emergencia				c
			jun cia	caño ta	garran chuelo	cerreig	
	1-metil-3-(3-metil- ciclohexil)-6-dime- tilamino-s-triazin- 2,4(1H,3H)-diona	2,2 0,44	100	100	100	100	
5	1-metil-3-ciclohe- xil-4-tio-6-dimetil amino-s-triazin-2,4- (1H,3H)-diona	2,2 0,44	100	100	100	100	
10							
15							
20							
25							

Post-emergencia			Pre-emergencia										
<u>caño</u> <u>ta</u>	<u>garran</u> <u>chuelo</u>	<u>cerreig</u>	<u>garran</u> <u>chuelo</u>	<u>cerreig</u>	<u>sor</u> <u>po</u>	<u>avena</u> <u>loca</u>	<u>jun</u> <u>cia</u>	<u>cag</u> <u>sia</u>	<u>ipo</u> <u>mea</u>	<u>mos-</u> <u>taza</u>	<u>raba</u> <u>no</u>	<u>clavel</u> <u>chino</u>	<u>ace-</u> <u>dera</u>
10C	10C	10C	10C	10C	10C	10C	6C	10C	10C	10C	10C	10C	10C
			10C	10C	10C	10C	8C	10C	10C	10C	10C	10C	10C
10C	10C	10C	9C	10C	9C	10C	2C	10C	10C	10C	10C	10C	10C
			9C	10C	9C	10C		10C	10C	10C	10C	10C	10C

1

DATOS FISICOS DE ALGUNAS 6-AMINOTRIAZINDIONAS

5



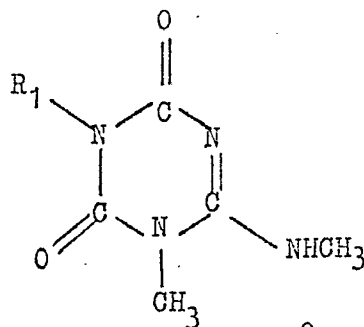
	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>X</u>	<u>P.f., °C</u> <u>° N_D²⁵</u>
	Ciclohexilo	Etilo	0	(1,5279)
10	2-Metilciclohexilo	Metilo	S	139-140°
	3-Metilciclohexilo	Metilo	S	141-146°
	Cicloheptilo	Metilo	S	204-205,5°
	1-Metilciclopentilo	H	0	104-106°
	2-Metalilo	Metilo	0	94-96°
15	3-Cloro-4-fluorfenilo	Metilo	0	195-198°
	3,4-Xililo	Metilo	0	175-178°
	p-Etilfenilo	Metilo	0	200-203°
	p-Metoxifenilo	Metilo	0	162-167°
	p-Metiltiofenilo	Metilo	0	152-156°
20	4-Cloro-3-trifluor- fenilo	Metilo	0	180-181°
	3-Metoxipropilo	Metilo	0	54-56°
	3-Metiltiopropilo	Metilo	0	(1,5545)
	2-Ciclohexen-1-ilo	Metilo	0	IR 3500, 2900, 1730, 1650 cm ⁻¹
25	3-Ciclohexen-1-ilo	Metilo	0	114-118°

	R_1	R_2	X	P.f. °C n_{25}^D
1	2-Norbornilmetilo	Metilo	0	117-134°
	4-Metilciclohexilo	Metilo	0	131-132°
5	3,4-Diclorociclohexilo	Metilo	0	89-90°
	2-Decahidronaftilo	Metilo	0	208-211°

CONSTANTES FISICAS DE ALGUNAS 6-AMINOTRIAZINDIONAS

	R_1	R_2	P.f. °C	n_{25}^D
10				
15	n-Octilo		89-91	
	2-Etoxietilo		110-113,5	
	2,4-Dimetilfenilo		192-194	
	Ciclopropilo		174-180	
	4-Terc-butilciclohexilo		173-174	
20	3,5-Dimetilciclohexilo		73-76	
	2,4-Dimetilciclopentilo			1,5363
	3,4-Dimetilciclopentilo			1,5210
	3-Metilciclopentilo			1,5120
	2,3-Dimetilciclopentilo			1,5258
25	Ciclohexilmetilo		93-96	
	2-Norbornilo		140-143,5	
	Biciclo[2.2.2 ^{1,4}]oct-2-ilo		104-107	

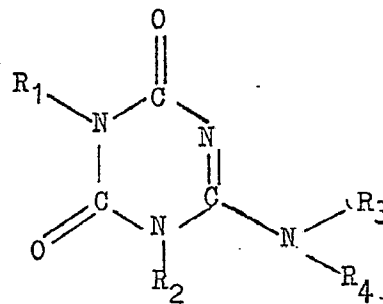
1



5

	<u>R₁</u>	<u>P.f. °C</u>	<u>$\frac{D}{n_{25}}$</u>
	n-Propilo	189-191	
	n-Butilo	167-168	
	n-Hexilo		1,5130
10	2-Etoxi etilo	144-146	
	3,4-Dimetilfenilo	202+	
	p-Etilfenilo	284-286	
	m-Clorofenilo	267-268	
	m-Fluorfenilo	268-269	
15	3-Cloro-4-fluorfenilo	292-294	
	o-Trifluormetilfenilo	241-243	
	Ciclohexilo	266,5-268	
	Ciclopropilo	266-267	
20	2,6-Dimetilciclohexilo	128-130	
	2-Etilciclohexilo	180-181	
	4-Metilciclohexilo	272-273	
	4-Terc-butilciclohexilo	355-356	
	4-Metoxiciclohexilo	271-274	
25	3,5-Diclorociclohexilo	204-205	
	2,4-Dimetilciclopentilo	211-213	

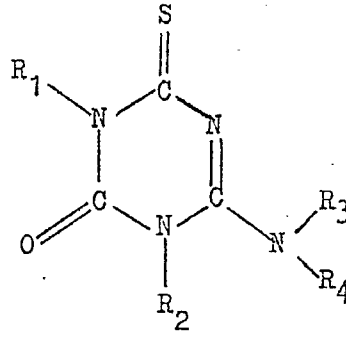
	<u>R₁</u>	<u>P.f. °C</u>	<u>n_D²⁵</u>
1	3,4-Dimetilciclopentilo	247-248	
	3-Metilciclopentilo	> 260	
5	2,3-Dimetilciclopentilo	225-227	
	2-Etilciclopentilo	206-208	
	3-Ciclohexen-1-ilo	244-245	
	2-Decahidronaftilo	302-307	
	2-Norbornilo	223-229	
	2-Norbornilmetilo	240-244	
10	Biciclo[2.2.2 ^{1,4}]oct-2-ilo	261-265	



	<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>R₄</u>	<u>P.f. °C</u>
15	Isopropilo	1/2 Ca ⁺⁺	Metilo	Metilo	>300
	sec-butilo	H	Metilo	Metilo	161-165
20	4-Metoxiciclohexilo	H	Metilo	Metilo	205-209
	Ciclohexilo	Metilo	H	2-Metalilo	219-220

25

1



5

<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>R₄</u>	<u>P.f. °C</u>
n-Heptilo	Metilo	Metilo	Metilo	59-60
Alilo	Metilo	Metilo	Metilo	98-99
Isopropilo	Metilo	Metilo	Metilo	141-146
p-Nitrofenilo	Metilo	Metilo	Metilo	252-253 (desc.)
Ciclohexilo	Metilo	H	Isopropilo	284-284

10

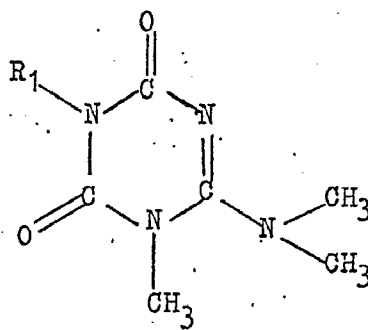
DATOS BIOLOGICOS DE LAS 6-AMINOTRIAZIN-DIONAS

Proporción: 2,2 kg/Ha, salvo indicación en contrario.

15

- Columna A - Cerréig - post-emergencia
- Columna B - Pata de gallina - pre-emergencia
- Columna C - Cerreig - pre-emergencia
- Columna D - Casia - pre-emergencia
- Columna E - Mostaza - pre-emergencia

20



25

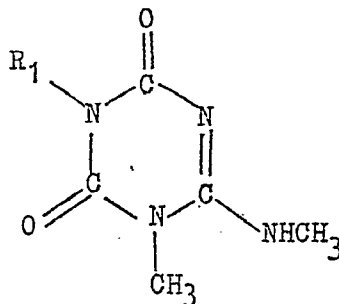
1	<u>R₁</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	Etilo	6C	7C	9C	8C	10C
	n-Propilo	6C	9C	10C	10C	10C
	n-Butilo	10C	10C	10C	10C	10C
5	Isobutilo	9C	10C	10C	10C	10C
	Terc-butilo	9C	9C	10C	10C	10C
	Neopentilo	10C	10C	10C	10C	10C
	Alilo	10C	10C	10C	10C	10C
	n-Hexilo	10C	10C	10C	10C	10C
10	2-Metalilo	6C	10C	8C	10C	10C
	3-Metoxipropilo	1C	9C	7C	10C	10C
	3-Metiltiopropilo	3C	10C	10C	10C	10C
	2-Etoxi etilo	1C	8C	4C	10C	10C
	Fenilo	2C/6G	10C	10C	10C	10C
15	m-Tolilo	9C	10C	10C	10C	10C
	p-Tolilo	7C	9C	10C	10C	10C
	* 3,4-Dimetilfenilo	-	9C	9C	10C	10C
	p-Etilfenilo	6C	10C	10C	10C	10C
	3,4-Diclorofenilo	7C	10C	10C	10C	10C
20	2,5-Diclorofenilo	4C	10C	9C	10C	10C
	3-Trifluormetil-4-clo- rofenilo	1B	10C	10C	10C	10C
	p-Clorofenilo	3B	10C	10C	10C	10C
	m-Clorofenilo	10C	10C	10C	10C	10C
25	o-Clorofenilo	6C	10C	10C	10C	10C

1	<u>R₁</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	m-Fluorfenilo	10C	9C	10C	10C	10C
	o-Fluorfenilo	10C	10C	10C	10C	10C
	3-Cloro-4-fluorfenilo	7C	10C	10C	10C	10C
5	3-Cloro-6-metilfenilo	6C	9C	9C	10C	10C
	3-Cloro-4-metilfenilo	8C	10C	10C	10C	10C
	3-Trifluormetilfenilo	6C	10C	10C	10C	10C
	3-Nitrofenilo	5C	9C	10C	10C	10C
	p-Metiltiofenilo	1B	6C	1C	10C	10C
10	Ciclooctilo	10C	10C	10C	10C	10C
	Cicloheptilo	10C	10C	10C	10C	10C
	Ciclopropilo	1C	3C	2C	10C	10C
	2,4-Dimetilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	p-Isopropilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
15	3,4-Dimetilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	2,6-Dimetilciclohexilo	9C	9C	10C	10C	10C
	2,3-Dimetilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	3-Clorociclobutilo	10C	10C	10C	10C	10C
	p-Metilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
20	p-Isopropilciclohexilo	8C	8C	9C	10C	10C
	3,5-Dimetilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	3,4-Diclorociclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	p-Metoxiciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
25	2,4-Dimetilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	-
	3,4-Dimetilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	-

1	<u>R₁</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	* 3-Metilciclopentilo	9C	10C	10C	10C	-
	* 2,3-Dimetilciclopentilo	5C	10C	10C	10C	-
	3-Ciclohexen-1-ilo	10C	10C	10C	10C	10C
5	2-Ciclohexen-1-ilo	10C	10C	10C	10C	10C
	Ciclohexilmetilo	10C	10C	10C	10C	10C
	2-Decahidronaftilo	0	7C	9C	10C	10C
	2-Norbornilo	10C	10C	10C	10C	10C
	2-Norbornilmetilo	10C	10C	10C	10C	10C
10	* Biciclo[2.2.2 ^{1,4}]oct-2-ilo	0	8C	9C	10C	-
	1-Metilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	10C

* Ensayado a 0,44 kg/Ha

15 - No ensayado



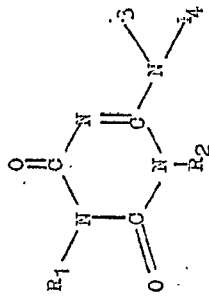
20	<u>R₁</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	Etilo	8C	7C	6C	8C	10C
	n-Propilo	7C	9C	10C	10C	10C
	n-Butilo	8C	9C	10C	10C	10C
25	Sec-butilo	4C	9C	9C	10C	10C

1	<u>R₁</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	Isobutilo	8C	9C	10C	10C	10C
	Terc-butilo	6C	10C	8C	10C	10C
	Neopentilo	4C	10C	10C	10C	10C
5	n-Octilo	10C	0	0	0	3C
	n-Hexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	3-Pentilo	6C	10C	9C	10C	10C
	Fenilo	10C	10C	10C	10C	10C
	m-Tolilo	0	8C	9C	10C	10C
10	3,4-Dimetilfenilo	2C	7C	8C	10C	10C
	p-Isopropilfenilo	1B	8C	9C	10C	10C
	p-Etilfenilo	0	7C	8C	10C	10C
	m-Clorofenilo	8C	9C	10C	10C	10C
	o-Clorofenilo	0	3C	1C	10C	10C
15	m-Fluorfenilo	10C	9C	10C	10C	10C
	o-Fluorfenilo	5C	10C	9C	10C	10C
	3-Cloro-4-fluorfenilo	7C	9C	10C	10C	10C
	3,4-Diclorofenilo	0	8C	7C	10C	10C
20	3-Cloro-6-metilfenilo	1C	3C	0	10C	10C
	4-Cloro-6-metilfenilo	0	1C	0	9C	9C
	2-Trifluometilfenilo	4C	9C	9C	10C	10C
	3-Nitrofenilo	0	6C	6C	10C	10C
	4-Metiltiofenilo	0	2C	0	1C	7C
25	Ciclohexilo	10C	9C	10C	10C	10C
	2-Metilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C

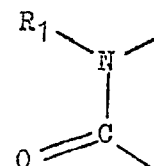
1	<u>R₁</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	Ciclooctilo	10C	10C	10C	10C	10C
	Ciclopropilo	1C	0	2G	8C	9C
	Ciclopentilo	10C	10C	10C	10C	10C
5	3-Metilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	Ciclooctilo	10C	10C	10C	10C	10C
	3,4-Dimetilciclohexilo	10C	9C	10C	10C	10C
	2,3-Dimetilciclohexilo	7C	10C	10C	10C	10C
	4-Isopropilciclohexilo	3C	9C	10C	10C	10C
10	2,6-Dimetilciclohexilo	10C	6C	6C	10C	10C
	3,5-Dimetilciclohexilo	5C	10C	10C	10C	10C
	p-Clorofenilo	8C	9C	10C	10C	10C
	3-Trifluormetilfenilo	4C	9C	9C	10C	10C
	2-Etilciclohexilo	9C	10C	9C	10C	10C
15	3-Clorociclobutilo	10C	10C	10C	10C	10C
	1-Metilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	10C
	4-Metilciclohexilo	10C	10C	10C	10C	10C
	4-Terc-butilciclohexilo	0	0	0	10C	10C
	p-Metoxiciclohexilo	1C	9C	8C	10C	10C
20	3,4-Diclorociclohexilo	4C	10C	10C	10C	10C
	2,4-Dimetilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	-
	3,4-Dimetilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	-
	3-Metilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	-
25	2,3-Dimetilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	-

1.	<u>R₁</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	2-Etilciclopentilo	10C	10C	10C	10C	-
	3-Ciclohexen-1-ilo	10C	10C	10C	10C	-
	2-Decahidronaftilo	5C	9C	10C	10C	10C
5	2-Norbornilo	10C	10C	10C	10C	10C
	2-Norbornilmetilo	6C	10C	10C	10C	10C
	Biciclo[2.2.2 ^{1,4}]oct-2-ilo	0	5C	7C	10C	-
	3-Cloro-p-tolilo	0	6C	8C	10C	10C

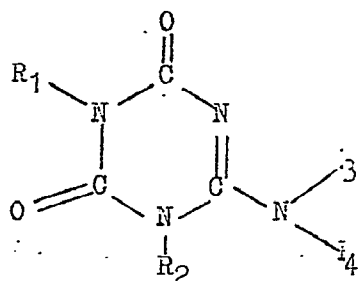
10	- No ensayado					
15						
20						
25						



R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	A	B	C	D	E
Isopropilo	1/2 Ca ⁺⁺	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100
Isopropilo	Li ⁺	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100
Isopropilo	(CH ₃) ₂ H ₂ N ⁺	Metilo	Metilo	100	90	100	100	100
Terc-butilo	H	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100
Sec-butilo	H	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100
Neopentilo	H	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100
Isopropilo	Na ⁺	H	Metilo	90	90	100	100	100
Isopropilo	Etilo	H	Etilo	90	30	20	40	90
Isopropilo	Metilo	Etilo	Etilo	30	80	70	100	100
Isopropilo	Metilo	Metilo	Butilo	40	70	70	100	100
Isopropilo	n-Propilo	H	Metilo	10	70	50	100	100
Isopropilo	Etilo	H	Metilo	40	70	80	80	100
p-Clorofenilo	H	Metilo	Metilo	90	70	100	90	50
Ciclohexilo	H	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100
3,4-Diclorociclohexilo	H	Metilo	Metilo	90	100	100	100	100
Terc-butilciclohexilo	H	Metilo	Metilo	0	60	40	100	90
1-Metilciclolopentilo	H	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100
p-Metoxiciclohexilo	H	Metilo	Metilo	90	90	100	100	100
Ciclohexilo	Metilo	H	Etilo	80	100	100	100	100
Ciclohexilo	Metilo	H	Isopropilo	50	100	40	100	100
Ciclohexilo	Metilo	Metilo	n-Propilo	100	90	100	100	100
Ciclohexilo	Etilo	H	Metilo	90	100	100	100	100
Ciclohexilo	Etilo	Metilo	Metilo	100	100	100	100	100



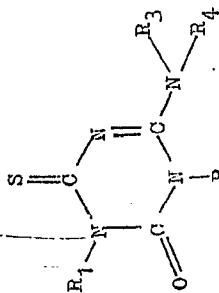
<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>
Isopropilo	1/2 Ca ⁺⁺	Metilo
Isopropilo	Li ⁺	Metilo
Isopropilo	(CH ₃) ₂ H ₂ N ⁺	Metilo
Terc-butilo	H	Metilo
Sec-butilo	H	Metilo
Neopentilo	H	Metilo
Isopropilo	Na ⁺	H
Isopropilo	Etilo	H
Isopropilo	Metilo	Etilo
Isopropilo	Metilo	Metilo
Isopropilo	n-Propilo	H
Isopropilo	Etilo	H
p-Clorofenilo	H	Metilo
Ciclohexilo	H	Metilo
3,4-Diclorociclohexilo	H	Metilo
Terc-butilciclohexilo	H	Metilo
1-Metilciclopentilo	H	Metilo
p-Metoxiciclohexilo	H	Metilo
Ciclohexilo	Metilo	H
Ciclohexilo	Metilo	H
Ciclohexilo	Metilo	Metilo
Ciclohexilo	Etilo	H
Ciclohexilo	Etilo	Metilo



<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>R₄</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
1/2 Ca ⁺⁺	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
Li ⁺	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
(CH ₃) ₂ H ₂ N ⁺	Metilo	Metilo	10C	9C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
Na ⁺	H	Metilo	9C	9C	10C	10C	10C
Etilo	H	Etilo	9C	3C	2C	4C	9C
Metilo	Etilo	Etilo	3C	8C	7C	10C	10C
Metilo	Metilo	Butilo	4C	7C	7C	10C	10C
n-Propilo	H	Metilo	1C	7C	5C	10C	10C
Etilo	H	Metilo	4C	7C	8C	8C	10C
H	Metilo	Metilo	9C	7C	10C	9C	5C
H	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	9C	10C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	9C	9C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	9C	9C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	9C	9C	10C	10C	10C
H	Metilo	Metilo	9C	9C	10C	10C	10C
Metilo	H	Etilo	8C	10C	10C	10C	10C
Metilo	H	Isopropilo	5C	10C	4C	10C	10C
Metilo	Metilo	n-Propilo	10C	9C	10C	10C	10C
Etilo	H	Metilo	9C	10C	10C	10C	10C
Etilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C

R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	A	B	C	D	E
Isopropilo	Etilo	Metilo	Metilo	8C	9C	10C	10C	10C
Isopropilo	n-Propilo	Metilo	Metilo	0	8C	7C	10C	10C
Isopropilo	Metilo	H	Isopropilo	1C	3C	1C	7C	9C
Isopropilo	Metilo	H	n-Propilo	0	2C	0	3C	10C
Isopropilo	Metilo	H	Alilo	8C	7C	5C	9C	10C
Isopropilo	Metilo	H	Propargilo	3C	8C	7C	10C	10C

R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	A	B	C	D	E
* 3-Metilciclohexilo	Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	-
* Cicloheptilo	Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	-
* Isopropilo	Metilo	Metilo	Metilo	6C	9C	10C	10C	-
Ciclopentilo	Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
o-Fluorfenilo	Metilo	Metilo	Metilo	8C	10C	10C	10C	10C
p-Nitrofenilo	Metilo	Metilo	Metilo	0	7C	7C	10C	10C
2-Metilciclohexilo	Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
Ciclohexilo	Metilo	H	Isopropilo	0	10C	10C	10C	10C
p-Fluorfenilo	Metilo	Metilo	Metilo	9C	10C	10C	10C	10C
m-Fluorfenilo	Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C



- No ensayado

* Ensayado a 0.44 kg/Ha.

<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>
Isopropilo	Etilo	Metilo
Isopropilo	n-Propilo	Metilo
Isopropilo	Metilo	H
Isopropilo	Metilo	H
Isopropilo	Metilo	H
Isopropilo	Metilo	H

R₁

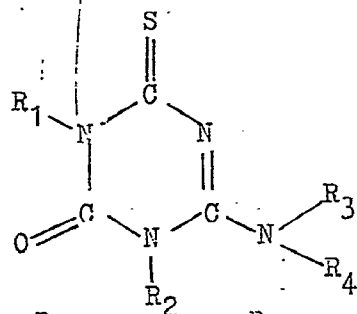
o=

<u>R₁</u>	<u>R₂</u>	<u>R₃</u>
* 3-Metilciclohexilo	Metilo	Meti
* Cicloheptilo	Metilo	Meti
* Isopropilo	Metilo	Meti
Ciclopentilo	Metilo	Meti
o-Fluorfenilo	Metilo	Meti
p-Nitrofenilo	Metilo	Meti
2-Metilciclohexilo	Metilo	Meti
Ciclohexilo	Metilo	H
p-Fluorfenilo	Metilo	Meti
m-Fluorfenilo	Metilo	Meti

- No ensayado

* Ensayado a 0,44 kg/Ha.

<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>R₄</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
Etilo	Metilo	Metilo	8C	9C	10C	10C	10C
n-Propilo	Metilo	Metilo	0	8C	7C	10C	10C
Metilo	H	Isopropilo	1C	3C	1C	7C	9C
Metilo	H	n-Propilo	0	2C	0	3C	10C
Metilo	H	Alilo	8C	7C	5C	9C	10C
Metilo	H	Propargilo	3C	8C	7C	10C	10C



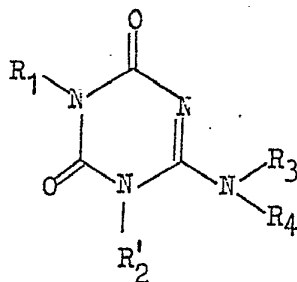
<u>R₂</u>	<u>R₃</u>	<u>R₄</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	-
Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	-
Metilo	Metilo	Metilo	6C	9C	10C	10C	-
Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
Metilo	Metilo	Metilo	8C	10C	10C	10C	10C
Metilo	Metilo	Metilo	0	7C	7C	10C	10C
Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C
Metilo	H	Isopropilo	0	10C	10C	10C	10C
Metilo	Metilo	Metilo	9C	10C	10C	10C	10C
Metilo	Metilo	Metilo	10C	10C	10C	10C	10C

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
1 deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación de un compuesto tiazina
de fórmula:

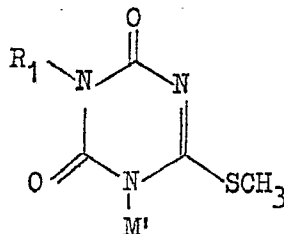
5



10

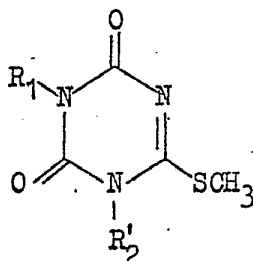
que consiste en hacer reaccionar un agente alquilante de
fórmula R'_2Z con un compuesto de fórmula:

15



para obtener un compuesto de fórmula:

20

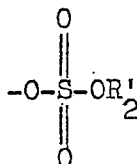


seguido de reacción de este último compuesto con una ami-
na de fórmula R_3R_4NH , donde

25

R_1 está seleccionado entre alquilo de 2 a 8 átomos de

1 carbono, alqueno de 3 a 6 átomos de carbono, al-
 quinilo de 3 a 6 átomos de carbono, cicloalquilo de
 4 a 8 átomos de carbono, cicloalqueno de 5 a 8
 5 átomos de carbono, cicloalquilmetilo de 4 a 9 áto-
 mos de carbono, cicloalquenilmetilo de 6 a 9 átomos
 de carbono, bicicloalquilo o bicicloalqueno de 7
 a 10 átomos de carbono y bicicloalquilmetilo o bi-
 cicloalquenilmetilo de 8 a 11 átomos de carbono,
 trimetilciclohexilo y tetrametilciclohexilo;
 10 los grupos alquilo anteriores sustituidos con un
 grupo metoxi, etoxi, metiltio o etiltio;
 R_3 es hidrógeno, metilo o etilo;
 R_4 es alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, alqueno de
 3 a 4 átomos de carbono, alquinilo de 3 a 4 átomos
 15 de carbono o metoxi y
 R'_2 es la parte de R_2 limitada al alquilo, Z es yoduro o



20

y M' es un metal alcalino.

2. Un método según la Reivindicación 1, donde R_1 es
 alquilo de 3 a 6 átomos de carbono, cicloalquilo de 5 a 8
 25 átomos de carbono o cicloalquilo de 5 a 8 átomos de carbono
 sustituido con un grupo metilo y R'_2 , R_3 y R_4 son metilo.

1 3. Un método según la Reivindicación 1, donde R_1
es ciclopentilo, metilciclopentilo, ciclohexilo o metil-
ciclohexilo y R'_2 , R_3 y R_4 son metilo.

5 4. Un método según la Reivindicación 1, donde R_1
es ciclohexilo y R'_2 ; R_3 y R_4 son metilo.

5 5. Un método según la Reivindicación 1, donde R_1
es ciclopentilo y R'_2 , R_3 y R_4 son metilo.

10 6. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN METODO DE PREPARACION DE UN COMPUESTO DE TRIAZINA.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de sesenta y seis
páginas mecanografiadas.

Madrid, 16 Septiembre 1.975

15

BERNARDO UNGRIA

p.p.



20

25