BIBLIOTEKA U.P. PRL

POLSKA RZECZPOSPOLITA LUDOWA

URZĄD PATENTOWY PRL

OPIS PATENTOWY 61772

Patent dodatkowy do patentu ———

Kl. 45 l, 9/22

Zgłoszono: 15.III.1967 (P 119 467)

Pierwszeństwo: 03.III.1967 Wielka Brytania

MKP A 01 n, 9/22

Opublikowano: 15.II.1971

UKD 632.951.2:547

Właściciel patentu: Imperial Chemical Industries Limited, Londyn (Wielka Brytania)

Środek do zwalczania szkodników

1

Przedmiotem wynalazku jest środek do zwalczania szkodników roślin i zwierząt zawierający jako substancję czynną nowe 6-karbaminiany 2--aminopirydymidyny.

Pod nazwą „karbaminian" należy rozumieć (jeśli tekst w opisie i w zastrzeżeniach nie wskazuje inaczej) zarówno karbaminiany jak i tiokarbaminiany oraz dwutiokarbaminiany.

Substancję czynną środka do zwalczania szkodników stanowi związek o ogólnym wzorze 1, w którym X i Y oznaczają atomy tlenu lub siarki, R_1, R_2, R_5 i R_6 oznaczają atomy wodoru, rodniki alkilowe, alkenylowe, arylowe lub alkiloarylowe, ewentualnie podstawione lub R_1 i R_2 oraz R_5 i R_6 razem z sąsiednim atomem azotu tworzą podstawiony lub niepodstawiony pierścień heterocykliczny, R_3 i R_4 oznaczają atomy wodoru lub chlorowca, podstawione lub niepodstawione rodniki alkilowe, alkenylowe, arylowe lub alkiloarylowe połączone z pierścieniem pirymidyny bezpośrednio lub przez atom O- S- lub N, lub oznaczają alkilenową grupę mostkową, a pierścienie heterocykliczne stanowią pierścień piperydylowy lub morfolinowy lub sól tego związku.

2

Jeżeli symbole R_1, R_2, R_3, R_4, R_5 lub R_6 w związku o wzorze 1 oznaczają grupę alkilową, korzystnie stanowią one grupę alkilową o nie więcej niż 10 atomach węgla, zwłaszcza niższą grupę alkilową, o nie więcej niż 6 atomach węgla, np. grupę metylową, etylową, n-propylową, n-butylową lub n-amylową.

Korzystne właściwości szkodnikobójcze posiada środek, który jako substancję czynną zawiera 6--karbaminian 2-aminopirydyny o ogólnym wzorze 2, którego grupę N R_1 R_2 oznaczoną wzorem 4, grupę N R_5 R_6 oznaczoną wzorem 5, grupy R_3 i R_4 oraz właściwości fizyczne poszczególnego związku, przedstawiono w odpowiednich kolumnach tablicy I.

Numeracja pierścienia pirymidyny przedstawiona jest we wzorze 3, przy czym pozycje 4 i 6 są równoważne. Temperatury topnienia i wrzenia podane są w stopniach Celsjusza, natomiast rodnik fenylowy oznaczono w tablicy symbolem Ph.

Tablica I

Związek Nr	wzór 4	wzór 5	R_4	R_3	Właściwości fizyczne
1	wzór 6	wzór 6	H	H	temperatura wrzenia 96—98°/ 0,01 mm Hg
2	wzór 6	wzór 6	H	CH_3	temperatura topnienia 115—116°
3	wzór 6	wzór 6	CH_3	H	temperatura topnienia 62°
4	wzór 6	wzór 6	CH_3	CH_3	temperatura topnienia 90°
5	wzór 6	wzór 6	CH_3	C_2H_5	temperatura topnienia 70—71°
6	wzór 6	wzór 6	CH_3	n—C_3H_7	temperatura topnienia 46° temperatura wrzenia 115—120°/ 0,04 mm Hg
7	wzór 6	wzór 6	CH_3	n—C_4H_9	temperatura wrzenia 109—112°/ 0,01 mm Hg
8	wzór 6	wzór 6	CH_3	izo—C_4H_9	temperatura topnienia 70°
9	wzór 6	wzór 6	CH_3	n—C_5H_{11}	temperatura wrzenia 130°/ 0,03 mm Hg n_D^{20} 1,5214
10	wzór 6	wzór 6	CH_3	wzór 15	temperatura topnienia 48—49°
11	wzór 6	wzór 6	CH_3	—CH_2—CH=CH_2	temperatura wrzenia 118—120° 0,01 mm Hg
12	wzór 6	wzór 6	CH_3	CH_2—Ph	temperatura topnienia 116—117°
13	wzór 6	wzór 6	CH_3	Cl	temperatura topnienia 100°
14	wzór 6	wzór 6	CH_3	Br	temperatura topnienia 90—92°
15	wzór 6	wzór 6	C_2H_5	H	temperatura wrzenia 87—90°/ 0,02 mm Hg
16	wzór 6	wzór 6	C_2H_5	n—C_4H_9	temperatura wrzenia 122—124°/ 0,05 mm Hg
17	wzór 6	wzór 6	n—C_3H_7	H	temperatura wrzenia 113—114°/ 0,01 mm Hg n_D^{20} 1,5251
18	wzór 6	wzór 6	n—C_3H_7	C_2H_5	temperatura topnienia 76°
19	wzór 6	wzór 6	n—C_5H_{11}	n—C_4H_9	temperatura wrzenia 152°/ 0,025 mm Hg
20	wzór 6	wzór 6	Ph	H	temperatura topnienia 106°
21	wzór 6	wzór 7	H	H	temperatura wrzenia 85—88°/ 0,01 mm Hg
22	wzór 6	wzór 7	CH_3	H	temperatura wrzenia 90—95°/ 0,003 mm Hg
23	wzór 6	wzór 7	CH_3	CH_3	temperatura wrzenia 108°/ 0,01 mm temperatura topnienia 48—50°
24	wzór 6	wzór 7	CH_3	C_2H_5	temperatura wrzenia 99—103°/ 0,005 mm Hg
25	wzór 6	wzór 7	CH_3	n—C_3H_7	temperatura wrzenia 117—118°/ 0,01 mm Hg
26	wzór 6	wzór 7	CH_3	n—C_4H_9	temperatura wrzenia 106—109°/ 0,005 mm Hg
27	wzór 6	wzór 7	CH_3	—CH_2—CH=CH_2	temperatura wrzenia 96—107°/ 0,008 mm Hg
28	wzór 6	wzór 8	CH_3	H	temperatura wrzenia 93—98°/ 0,007 mm Hg
29	wzór 6	wzór 8	CH_3	CH_3	temperatura topnienia 78—79°
30	wzór 6	wzór 8	CH_3	C_2H_5	temperatura wrzenia 96—101°/ 0,02 mm Hg
31	wzór 6	wzór 8	CH_3	—CH_2—CH=CH_2	temperatura wrzenia 110—115°/ 0,015 mm Hg

Związek Nr	wzór 4	wzór 5	R_4	R_3	Właściwości fizyczne
32	wzór 6	wzór 9	CH_3	H	temperatura wrzenia 130—135°/ 0,01 mm Hg n_D^{20} 1,5080
33	wzór 6	wzór 10	Ph	H	temperatura topnienia 100—101°
34	wzór 6	wzór 11	CH_3	H	temperatura topnienia 110°
35	wzór 6	wzór 11	CH_3	C_2H_5	temperatura topnienia 117—118°
36	wzór 7	wzór 6	CH_3	CH_3	temperatura topnienia 68—69°
37	wzór 7	wzór 6	CH_3	C_2H_5	temperatura wrzenia 110—112°/ 0,005 mm Hg
38	wzór 7	wzór 6	CH_3	n—C_3H_7	temperatura wrzenia 102—104°/ 0,01 mm Hg
39	wzór 7	wzór 6	CH_3	n—C_4H_9	temperatura wrzenia 106—107°/ 0,008 mm Hg
40	wzór 7	wzór 6	CH_3	$—CH_2—CH=CH_2$	temperatura wrzenia 112—118°/ 0,01 mm Hg
41	wzór 8	wzór 6	CH_3	H	temperatura wrzenia 142—144°/ 0,8 mm Hg
42	wzór 8	wzór 6	CH_3	CH_3	temperatura topnienia 78°
43	wzór 8	wzór 6	CH_3	C_2H_5	temperatura wrzenia 125—130°/ 0,075 mm Hg temperatura topnienia 49—51°
44	wzór 8	wzór 6	CH_3	n—C_3H_7	temperatura wrzenia 127—135°/ 0,01 mm Hg temperatura topnienia 53—54°
45	wzór 8	wzór 6	CH_3	n—C_4H_9	temperatura wrzenia 115—120°/ 0,01 mm Hg temperatura topnienia 44°
46	wzór 8	wzór 9	CH_3	H	temperatura wrzenia 162—164°/ 0,6 mm Hg
47	wzór 6	wzór 6	$—(CH_2)_3—$	$—(CH_2)_3—$	temperatura topnienia 101°
48	wzór 6	wzór 6	$—(CH_2)_4—$	$—(CH_2)_4—$	temperatura topnienia 96—97°
49	wzór 6	wzór 6	C_2H_5	CH_3	temperatura wrzenia 108—120°/ 0,01 mm Hg temperatura topnienia 43°
50	wzór 6	wzór 6	CH_3	$CH_2 \cdot CH_2 \cdot CN$	temperatura topnienia 103—104°
51	wzór 6	wzór 6	CH_3	$CH_2 \cdot CH_2 \cdot OCH_2 \cdot CH_3$	temperatura topnienia 58—59°

W tablicy II przedstawiono karbaminiany aminopirydyn o wzorze 1, to jest w którym symbole X i Y stanowią atomy tlenu lub siarki.

Tablica II

Związek Nr	wzór 4	wzór 5	R_4	R_3	X	Y	Właściwości fizyczne
52	wzór 6	wzór 6	CH_3	n—C_4H_9	O	S	lepka ciecz
53	wzór 6	wzór 6	CH_3	H	O	S	temperatura topnienia 72°
54	wzór 12	wzór 6	CH_3	n—C_4H_9	O	S	temperatura topnienia 104°
55	wzór 13	wzór 6	CH_3	CH_3	S	S	temperatura topnienia 130—131°
56	wzór 13	wzór 6	CH_3	n—C_4H_9	S	S	temperatura topnienia 98—100°
57	wzór 6	wzór 6	CH_3	wzór 14	O	O	temperatura topnienia 96°

Związki stanowiące substancję czynną środka według wynalazku są bardzo toksyczne w stosunku do licznych pasożytów, takich jak mięczaki, komary, larwy komara (Aedes aegypti) czarne mszyce (Aphis fabae), zielone mszyce (Macresiphum pisi), przędziorek chmielowiec (Tetranychus telarius), pluskwiaki bawełniane (Dysdercus fasciatus), liszki tętnisia krzyżowniczka (Plutella maculipennis), żuczek warzuchówka (Phaedon cochlearise), pospolita mucha domowa (Musca domestica), mątwik korzeniowy (Meloidogyne incognita). Ponadto związki te wykazują działanie owadobójcze wobec owadów żerujących na zwierzętach, np. Lucilia sericata oraz zwalczają różne choroby grzybicze, np. takie jak:

Puccinia recondita, rdza na pszenicy
Phytophthora infestans, grzybek na pomidorach
Sphaerotheca fuliginea, pleśń na ogórkach
Erysiphe graminis, pleśń na pszenicy i jęczmieniu
Podospheara leucotricha, pleśń na jabłoni
Uncinula necator, pleśń na winorośli
Plasmopara viticola, pleśń na winorośli
Percularia oryzae, zaraza na ryżu
Ventaria inaequalis, parch na jabłoni

Szczególnie czynne owadobójczo są poniższe związki: 5,6-dwumetylo-2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidyna,5-etylo-6-metylo-2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidyna, 5-n-propylo-6-metylo-2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidyna,5-cyjanoetylo-6-metylo-2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidyna.

Wyżej wymienione pochodne pirymidyny mają zdolność przemieszczania się po całej roślinie, dosięgania każdej jej części i zwalczanie na niej każdego zakażenia owadem lub grzybkiem. Dzięki temu możliwe jest wytworzenie zawierającego te związki środka o dużej efektywności ogólnoustrojowej przeciwpasożytniczej i przeciwgrzybiczej. W praktyce związki pirymidyny lub środki zawierające te związki mogą być stosowane w różny sposób, np. przez traktowanie tymi związkami listowia roślin lub zakażonej i/lub zarażonej otaczającej je powierzchni, lub też traktowanie gleby w której rozsiane są nasiona lub zasadzone są rośliny, a także w zastosowaniu do nasion przed zasianiem.

Pochodne pirymidyny i środek zawierający te pochodne, umieszczone na powierzchni rośliny nadają roślinie cech toksyczności przeciwko owadom.

Lotność pochodnych pirymidyny jest taka, że umożliwia działanie za pośrednictwem oparów. W wyniku tego zabijane są owady, które kontaktują się lub zbliżają do powierzchni poddanych obróbce pochodnymi pirymidyny.

Środek według wynalazku może być stosowany w rolnictwie, ogrodnictwie przy czym zależnie od celu, stosuje się różne związki odpowiadające wzorowi ogólnemu 1.

Środek według wynalazku może występować w postaci sypkiego proszku lub granulek, w których składnik czynny zmieszany jest ze stałym rozcieńczalnikiem lub nośnikiem. Odpowiednimi stałymi rozcieńczalnikami lub nośnikami mogą być na przykład kaolin, pumeks, bentonit, ziemia okrzemkowa, dolomit, węglan wapnia, talk, sproszkowany tlenek magnezu, ziemia Fuller'a, ziemia Hewitts'a, ziemia okrzemkowa i glinka chińska. Środek do zaprawiania ziarna może np. zawierać czynnik ułatwiający adhezję do ziarna, taki jak olej mineralny, lub olej roślinny, np. olej rycynowy. Środek może mieć również postać tworzącego zawiesinę proszku lub granulek, zawierających prócz substancji czynnej składnik zwilżający w celu ułatwienia zawieszania proszku lub granulek w cieczy. Takie proszki lub granulki mogą również zawierać wypełniacze, składniki dyspergujące i podobne.

Środek może być także stosowany w postaci płynnych preparatów do zwilżania lub rozpylania, które są głównie wodnymi zawiesinami lub emulsjami, zawierającymi składnik czynny w obecności jednego lub wielu czynników zwilżających, dyspergujących, emulgujących i zawieszających.

Czynniki zwilżające, rozpraszające i emulgujące mogą być typu kationowego, anionowego lub niejonowego.

Odpowiednimi czynnikami typu kationowego są na przykład czwartorzędowe związki amoniowe, np. bromek etylotrójmetyloamoniowy.

Odpowiednimi czynnikami typu aniowego są np. mydła, sole alifatycznych monoestrów kwasu siarkowego, np. sól sodowa siarczanu laurynowego, sole sulfonowanych związków aromatycznych, np. dodecylobenzenosulfonian sodowy, lignosulfoniany wapnia lub amonu, butylonaftalenosulfoniany i mieszanina soli sodowych kwasów dwuizopropylo i trójizopropylonaftalenosulfonowych. Odpowiednimi czynnikami typu niejonowego są np. produkty kondensacji tlenku etylenu z alkoholami tłuszczowymi, takimi jak alkohol oleinowy, cetylowy, lub alkilofenolami, takimi jak oktylofenol, nonylofenol, oktylokrezol.

Innymi czynnikami niejonowymi są niepełne estry, otrzymane z długołańcuchowych kwasów tłuszczowych i odwodnionych heksytoli, produkty kondensacji tych niepełnych estrów z tlenkiem etylenu oraz lecytyny.

Odpowiednimi czynnikami tworzącymi zawiesinę są np. koloidy hydrofilowe, np. poliwinylopirolidon, sól sodowa glikolanu celulozy, żywice roślinne, np. żywica akacjowa i guma tragantowa.

Wodne zawiesiny lub emulsje można otrzymać przez rozpuszczenie czynnego składnika lub składników w rozpuszczalniku organicznym, który może zawierać jeden lub kilka składników zwilżających, dyspergujących lub emulgujących, a następnie przez wprowadzenie tak otrzymanej mieszaniny do wody, która także może zawierać jeden lub więcej składników zwilżających, dyspergujących i emulgujących. Odpowiednimi rozpuszczalnikami organicznymi są dwuchlorek etylenu, alkohol izopropylowy, glikol propylenowy, alkohol dwuacetonowy, toluen, nafta, metylonaftalen, ksyleny, trójchloroetylen, metylochloroform i trójmetylobenzen.

Środki stosowane do rozpylania mogą być także wytwarzane w postaci aerozoli, przy czym wszystkie składniki łącznie ze środkami rozpylającymi jak fluorotrójchlorometan lub dwuchlorodwufluorometan umieszczone są w pojemniku pod ciśnie-

niem. Przez włączenie odpowiednich dodatków np. polepszających rozprowadzanie, siłę adhezji i odporność na deszcz traktowanych powierzchni można otrzymać różne kompozycje.

Pochodne pirymidyny można także mieszać z nawozami sztucznymi. Korzystna kompozycja tego typu składa się np. z granulek materiału nawozowego powleczonych pochodną pirymidyny. Materiał nawozowy może np. składać się z substancji zawierających azot lub fosforany.

Kompozycje, które stosuje się w postaci wodnych zawiesin lub emulsji, dostarczane są w postaci koncentratu o dużym stężeniu substancji czynnej, a następnie przed stosowaniem rozcieńczane są wodą.

Pożądane jest, aby koncentraty były trwałe podczas dłuższego magazynowania i nadawały się do rozcieńczania wodą a wytworzone preparaty powinny zachowywać jednorodność przez dłuższy czas i nadawać się do stosowania w znanym urządzeniu rozpylającym.

Koncentraty mogą zawierać odpowiednio 10—85% wagowych substancji czynnej, korzystnie 25—60% wagowych substancji czynnej. Rozcieńczone wodą preparaty mogą zawierać różną ilość substancji czynnej, w zależności od celu w jakim mają być stosowane, przy czym ilość ta wynosi 0,001—1,0% wagowego substancji czynnej.

Środek według wynalazku o działaniu przeciwgrzybiczym oprócz pochodnej pirymidyny może zawierać jeden lub więcej znanych związków biologicznie czynnych.

Poniższe przykłady objaśniają wynalazek lecz go nie ograniczają.

Przykład I. Koncentrat stanowiący olej mieszający się z wodą, który po rozcieńczeniu wodą jest w stanie gotowym do użycia jako preparat do spryskiwania.

Koncentrat ma następujący skład:

	Części wagowe
2-dwumetylo-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidyna	25,0
„LUBROL" L (kondensat alkilofenolu z tlenkiem etylenu)	2,5
Dodecylobenzenosulfonian wapnia	2,5
„Aromasol" H (rozpuszczalnik alkilobenzenowy)	70,0
	100,0

Przykład II. Koncentrat w postaci mieszającego się oleju. Skład koncentratu jest następujący:

	Części wagowe
2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksy-6-metylo-5-n-propylopirymidyna	25,0
„LUBROL" L (kondensat alkilofenolu z tlenkiem etylenu)	4,0
Dodecylobenzenosulfonian wapnia	6,0

„AROMASOL" H (rozpuszczalnik alkilobenzenowy)	65,0
	100,0

Przykład III. Zwilżalny proszek o następującym składzie:

	Części wagowe
2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksy-6-metylo-5-n-amylopirymidyna	25,0
Krzemian sodu	5,0
Lignosulfonian wapnia	5,0
Glinka chińska	65,0
	100,0

Przykład IV. Ciecz do rozpylania, zawierająca mieszaninę, składającą się z 25% wagowych 4-dwumetylokarbamoilooksy-6-metylo-2-(4-morfolinylo)-pirymidyny i 75% wagowych ksylenu.

Przykład V. Pylisty proszek do bezpośredniego stosowania na rośliny lub inne powierzchnie, który składa się z 1% wagowego 4-dwumetylokarbamoilooksy-5-etylo-6-metylo-2-(4-morfolinylo)-pirymidyny i 99% wagowych talku.

Przykład VI. 25 części wagowych 2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksy-6-metylopirymidyny, 65 części wagowych ksylenu i 10 części wagowych polieteru alkiloarylowego „Trioton" X-100 zmieszano w odpowiednim mieszalniku. Otrzymano koncentrat emulsji, który może być mieszany z wodą w celu otrzymania emulsji nadających się do spryskiwania zwierząt domowych w celu umieszczenia owadów pasożytniczych oraz w stosowaniu w praktyce rolniczej.

Przykład VII. 5 części wagowych 2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksy-6-metylopirymidyny zmieszano dokładnie w odpowiednim mieszalniku z 95 częściami wagowymi talku. Otrzymano pylisty proszek nadający się do niszczenia pasożytów u zwierząt domowych.

Przykład VIII. Zmieszano dokładnie 10 części wagowych 2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksy-6-metylopirymidyny, 10 części Lissapolu NX (produkt kondensacji tlenku etylenu z nonylofenolem) i 80 części wagowych alkoholu dwuacetonowego. Otrzymano koncentrat, który po zmieszaniu z wodą tworzył zawiesinę nadającą się do spryskiwania jako środek niszczący pasożyty i owady.

Przykład IX. Stężona ciekła kompozycja w postaci emulsji. Składniki wymienione poniżej mieszano łącznie w podanych proporcjach, a następnie całość mieszano do rozpuszczenia tych składników.

	% wagowy
Związek Nr 5 (Tablica I)	20
„LUBROL" L (kondensat alkilofenolu z tlenkiem etylenu)	17
Dodecylobenzenosulfonian wapnia	3
Dwuchloroetylen	45
„AROMASOL" N (rozpuszczalnik alkilobenzenowy)	15
	100%

Tablica III

Związek Nr	Aedes aegypta	Aphis phabae	Macrosiphum pisi	Tetranychus telarius	Tetranychus telarius	Dysdercus fasciatus	Phaedon cechlearis	Musca domestica
	Larwa komara	Czarna mszyca	Zielona mszyca	Przędziorek chmielowiec	Przędziorek jaja	Pluskwiak	Żuczek warzuchówka	Mucha domowa
	woda	bób	bób	fasola francuska	fasola francuska	bawełna	gorczyca/ papier	mleko i cukier wata
	—	2 dni	2 dni	3 dni	3 dni	3 dni	2 dni	1 dzień
1	0	3	3	2	0	3	0	3
2	0	3	3	0	0	0	0	1
3	0	3	3	2	0	2	0	3
4	1	3	3	3	3	3	3	3
5	2	3	3	2	0	2	0	3
6	2	3	3	3	0	2	0	2
7	0	3	3	3	0	0	0	0
8	0	3	3	0	0	0	0	0
9	0	3	3	0	0	0	0	0
10	0	3	3	0	0	0	0	0
11	3	3	3	3	0	3	0	3
12	0	0	2	0	0	—	—	—
13	3	3	3	0	0	0	0	0
14	2	3	3	0	0	0	0	3
15	1	3	3	1	0	2	0	3
16	0	3	3	2	0	3	0	0
17	2	3	3	2	0	0	1	3
18	2	3	3	0	0	0	0	3
19—20	3	1	3	3	2	0	0	0
21	5	3	3	0	0	2	3	3
22	3	3	3	0	0	0	1	3
23	0	3	3	2	0	0	2	2
24	2	3	3	0	0	0	0	3
25	0	3	3	2	0	0	0	0
26	0	3	3	1	0	0	0	1
27	3	3	3	3	0	2	0	3
28	2	3	3	0	0	0	1	3
29	0	3	3	2	0	0	0	—
30	0	3	3	3	0	0	0	—
31	0	3	3	3	0	0	0	—
32	0	2	3	3	0	0	0	—
33	0	0	1	0	0	—	—	0
34	0	3	3	1	1	0	0	3
35	0	3	3	0	0	0	0	3
36	0	3	3	3	0	0	—	—
37	0	3	3	3	0	0	—	—
38	0	3	3	3	0	0	—	—
39	0	3	3	3	0	0	—	—
40	0	3	3	3	0	0	—	—
41	2	3	3	0	0	0	0	0
42	0	3	3	0	0	0	0	0
43	0	3	3	2	1	0	0	0
44	0	3	3	2	0	0	0	0
45	1	3	3	1	0	0	0	0
46	3	3	3	0	0	0	0	0
47	3	3	3	3	0	0	3	3
48	3	3	3	3	3	0	1	—
49	0	3	3	0	0	0	0	0
50	0	3	3	3	2	0	0	0
51	0	3	3	3	0	0	0	0
52	0	3	3	2	0	0	0	0
53	0	0	3	0	0	0	0	0
54	0	0	2	0	0	—	—	—
55—56	3	0	0	0	0	0	0	0
57	2	0	1	0	0	—	—	—

Przykład X. Składniki wymienione poniżej w podanych proporcjach zmielono razem do uzyskania sproszkowanej mieszaniny w postaci pudru, łatwo tworzącego zawiesinę w cieczach.

	% wagowy
Związek Nr 4 (Tablica I)	50
Dispersol T (mieszanina siarczanu sodu z produktem kondensacji formaldehydu z naftalenosulfonianem sodowym)	5
Glinka chińska	45
	100%

Przykład XI. Kompozycję w formie granulek, tworzących zawiesinę w cieczy (np. wodzie) przygotowano przez zmielenie w obecności wody czterech pierwszych spośród podanych składników, i następnie domieszanie octanu sodu. Otrzymaną w ten sposób mieszaninę wysuszono i przepuszczono przez sito o wielkości oczek 0,38—0,152 mm, w celu otrzymania pożądanej wielkości ziarna.

	% wagowy
Związek Nr 4 (Tablica I)	50
Dispersol T (mieszanina siarczanu sodu z produktem kondensacji formaldehydu z naftalenosulfonianem sodowym)	12,5
Goulac (lignosulfonian wapnia)	5
Dodecylobenzenosulfonian wapnia	12,5
Octan sodu	20
	100%

Przykład XII. Kompozycję do zaprawiania ziarna przygotowano przez mieszanie wszystkich trzech podanych niżej składników, w podanych proporcjach:

	% wagowy
Związek Nr 4 (Tablica I)	80
Olej mineralny	2
Glinka chińska	18
	100%

Przykład XIII. Zgranulowaną kompozycję przygotowaną przez rozpuszczenie składnika czynnego w rozpuszczalniku, rozpylenie otrzymanego roztworu na granulki pumeksu i następnie pozostawienie do odparowania rozpuszczalnika:

	% wagowy
Związek Nr 4 (Tablica I)	5
Granulki pumeksu	95
	100%

Przykład XIV. Przygotowano kompozycję przez zmieszanie i zmielenie poniższych składników w podanych proporcjach:

	% wagowy
Związek Nr 4 (Tablica I)	40
Goulac (lignosulfonian wapnia)	10
Woda	50
	100%

Toksyczność różnych związków stanowiących substancję czynną środka według wynalazku zbadano w stosunku do różnych owadów, a otrzymane wyniki podano poniżej.

Środki według wynalazku stosowano w postaci ciekłych preparatów, zawierających 0,1% wagowego substancji czynnej.

Preparaty wytworzono przez rozpuszczenie każdej substancji czynnej w mieszaninie rozpuszczalników, zawierającej 4 części objętościowe acetonu i 1 część objętościową alkoholu dwuacetonowego. Roztwór następnie rozcieńczono wodą, zawierającą 0,01% wagowego składnika zwilżającego, oznaczonego nazwą fabryczną „Lissapol" NX (produkt kondensacji nonylofenolu z tlenkiem etylenu), do uzyskania pożądanego stężenia substancji czynnej.

Sposób przeprowadzenia prób, przystosowany do rodzaju badanych owadów, był w zasadzie taki sam i polegał na umieszczeniu pewnej ilości owadów w środowisku, w którym one żerują na roślinie nosicielu lub pożywce i traktowaniu owada osobno, lub razem z pożywką, preparatami.

Śmiertelność owadów oceniano następnie w czasie od jednego do trzech dni po zastosowaniu preparatu. Wyniki prób podano w załączonych tablicach III i IV.

W pierwszej kolumnie tych tablic podano zastosowane związki. Dalsze kolumny podają nazwę owada, roślinę nosiciela lub środowisko, w którym przeprowadzano próbę, a następnie ilość dni, które upłynęły od momentu wprowadzenia preparatu do czasu obliczania procentu zabitych owadów.

Wyniki wyrażono w liczbach 0—3.

0 oznacza mniej niż 30% zabitych owadów
1 „ od 30—49% „ „
2 „ „ 50—90% „ „
3 „ ponad 90% „ „

Stężenie substancji aktywnej środka według wynalazku w roztworach wynosiło 1000 części na milion przy wszystkich zakażeniach z wyjątkiem przypadków Aedes aegypta (tablica III) i Meloidogyne incognita (tablica IV), w których stężenie substancji czynnej środka według wynalazku wynosiło 100 części na milion.

Tablica IV

Związek Nr	Meloidogyne incognita (mątnik korzeniowy) środowisko — woda; okres czasu działania 2 dni; 100 części na milion substancji czynnej — skala toksyczności
22	1
26	3
27	3
30	3

Działanie środka według wynalazku przebadano w stosunku do różnych chorób grzybkowych, a wyniki prób podano następnie w tablicy V. Ustalono

Tablica V

Związek Nr (z tablicy I)	Puccinia recondita (rdza)		Phytophthora infestans (zaraza)		Sphaerotheca fuliginea pleśń		Erysiphe graminis pleśń		Erysiphe graminis pleśń		Podosphaera leucotricha pleśń		Uncinula necator pleśń		Plasmopara viticola pleśń		Piricularia oryzae zaraza		Venturia inaequalis parch	
	Pszenica 10 dni		Pomidory 4 dni		Ogórek 10 dni		Pszenica 10 dni		Jęczmień 10 dni		Jabłoń 7—14 dni		Winorośl 14 dni		Winorośl 7 dni		Ryż 7 dni		Jabłoń 14 dni	
	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.
1	0	0	2	—	0	0	0	—	0	—	1	—	0	—	1	—	0	—	0	—
2	0	0	—	—	0	0	0	—	1	—	0	—	0	—	0	—	1	—	0	—
3	0	0	2	—	0	0	0	—	0	—	1	—	0	—	0	—	1	—	0	—
4	0	0	3	—	0	0	0	—	0	—	1	4	0	—	4	4	0	—	0	—
5	2	0	0	—	3	2	0	—	1	—	2	—	0	—	2	—	0	—	0	—
6	0	0	2	—	3	3	1	—	1	—	3	2	1	—	0	4	0	—	2	—
7	0	0	2	—	3	3	3	—	3	—	3	1	0	—	2	—	—	—	3	—
8	0	0	0	—	3	3	0	—	0	—	—	—	2	—	0	—	0	—	2	—
9	1	0	0	—	3	3	3	—	3	—	3	1	3	—	1	—	2	—	2	—
10	0	0	0	—	0	3	3	—	3	—	—	—	0	—	1	—	—	—	3	—
11	0	0	1	—	3	—	1	—	2	—	3	—	1	—	0	—	0	—	0	—
12	1	0	1	—	0	0	1	—	0	—	0	—	0	—	2	—	0	—	0	—
13	0	0	0	—	0	0	2	—	1	—	1	—	0	—	0	—	0	—	3	—
14	0	0	0	—	0	0	—	2	—	—	—	0	—	—	—	—	—	—	2	—
15	2	0	—	—	0	1	0	—	0	—	2	—	3	—	0	—	3	—	1	—
16	0	0	1	—	3	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
17	2	0	0	—	0	1	0	—	0	—	—	—	0	—	—	—	—	—	1	—
18	0	0	0	—	0	0	2	—	3	—	—	—	3	—	—	—	—	—	3	—
19	0	0	1	—	2	0	3	—	0	—	3	2	3	—	3	—	1	—	3	—
20	0	0	—	—	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	2	—	—	—	—	—
21	0	0	0	—	0	0	0	—	3	—	—	—	0	—	—	—	—	—	0	—
22	2	0	0	—	0	—	0	—	0	—	0	—	0	—	0	—	0	—	0	—
23	1	0	0	—	0	—	0	—	0	—	1	—	0	—	0	—	2	—	1	—
24	0	0	0	—	2	2	0	—	1	—	2	—	0	—	0	—	0	—	0	—
25	0	0	0	—	3	3	3	—	3	—	—	—	0	—	—	—	—	—	2	—
26	0	0	0	—	3	2	3	—	3	—	3	—	0	—	2	—	2	—	2	—
27	1	0	0	—	3	2	3	—	3	—	2	—	0	—	1	—	0	—	3	—
28	0	0	0	—	0	1	—	—	—	—	—	—	0	—	0	—	0	—	—	—
29—30	0	1	—	—	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
31	0	1	—	—	3	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
32	0	0	0	—	0	1	3	—	3	—	—	—	1	—	—	—	—	—	3	—
33	0	0	1	—	0	0	0	—	2	—	2	—	0	—	0	—	—	—	—	—
34	0	0	1	—	1	0	0	—	—	—	1	—	1	—	2	—	—	—	—	—

Tablica V c.d.

Związek Nr (z tablicy I)	Puccinia recondita (rdza)		Phytophthora infestans (zaraza)		Sphaerotheca fuliginea pleśń		Erysiphe graminis pleśn		Erysiphe graminis pleśń		Podosphaera leucotricha pleśń		Uncinula necator pleśń		Plasmopara viticola pleśń		Piricularia oryzae zaraza		Venturia inaequalis parch	
	Pszenica 10 dni		Pomidory 4 dni		Ogórek 10 dni		Pszenica 10 dni		Jęczmień 10 dni		Jabłoń 7—14 dni		Winorośl 14 dni		Winorośl 7 dni		Ryż 7 dni		Jabłoń 14 dni	
	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.	Ochr.	Zw.
35	0	0	1	—	0	0	0	—	3	—	2	—	1	—	1	—	—	—	1	—
36	0	0	1	—	0	0	—	—	—	—	1	—	0	—	0	—	0	—	0	—
37	1	0	1	—	3	1	3	—	3	—	1	—	—	—	0	—	3	—	3	—
38	0	0	1	—	3	3	2	—	3	—	3	—	1	—	0	—	0	—	0	—
39	0	0	1	—	3	3	3	—	3	—	3	—	3	—	0	—	1	—	0	—
40	0	0	0	—	3	3	3	—	3	—	3	—	0	—	0	—	0	—	—	—
41	1	0	2	—	0	0	0	—	0	—	—	—	1	—	1	—	—	—	—	—
42	0	0	0	—	0	0	0	—	0	—	0	—	0	—	0	—	0	—	3	—
43	0	0	0	—	3	3	2	—	0	—	2	—	0	—	2	—	0	—	0	—
44	1	0	0	—	3	3	3	—	3	—	3	—	0	—	0	—	0	—	0	—
45	1	0	0	—	3	3	3	—	3	—	3	—	0	—	1	—	1	—	2	—
46	—	—	—	—	—	—	3	—	0	—	3	3	2	—	3	—	2	—	2	—
47	1	0	1	—	1	0	0	—	1	—	—	—	1	—	—	—	—	—	3	—
48—51	1	0	2	—	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
52	0	0	1	—	1	3	0	—	3	—	3	3	0	—	3	—	3	—	—	—
53	0	0	0	—	1	0	—	—	0	—	2	2	—	—	0	—	0	—	2	—
54	0	0	2	—	0	0	0	—	0	—	1	—	0	—	0	—	1	—	2	—
55	2	0	—	—	—	—	2	—	0	—	1	—	1	—	1	—	—	—	—	—
56	2	0	—	—	—	3	—	—	—	—	—	—	1	—	0	—	0	—	0	—
57	0	0	1	—	0	0	2	—	1	—	1	—	3	—	2	—	3	—	0	—

dwa testy, test ochronny zapobiegający chorobie rośliny jak i test zwalczający chorobę rośliny przez zniszczenie szkodnika, przy czym przy ustalaniu testu ochronnego rośliny spryskiwano tak, aby liście były wilgotne, roztworem lub zawiesiną, zawierającą 500 części na milion składnika czynnego i 0,1% składnika zwilżającego, a po 24 godzinach zaszczepiono odpowiednie grzybki i rozwój choroby określono wizualnie po zakończeniu próby. W próbie zwalczania choroby, rośliny szczepiono grzybkiem, a następnie po pewnej ilości dni, w zależności od stanu rozwoju choroby, liście zwilżano przez opryskiwanie roztworem lub zawiesiną, zawierającą 500 części na milion składnika czynnego i 0,1% składnika zwilżającego. Wyniki badań przedstawiono w tablicy V według skali 0—3, oznaczającej zakres choroby wyrażony procentowo w stosunku do powierzchni rośliny:

Skala	Procentowy zakres choroby
0	61 do 100
1	26 do 60
2	6 do 25
3	0 do 5

W tablicy V określenie „Ochr." oznacza test dotyczący ochrony zapobiegającej chorobie rośliny. „Zw." oznacza test dotyczący zwalczania choroby rośliny już chorej.

Zastrzeżenia patentowe

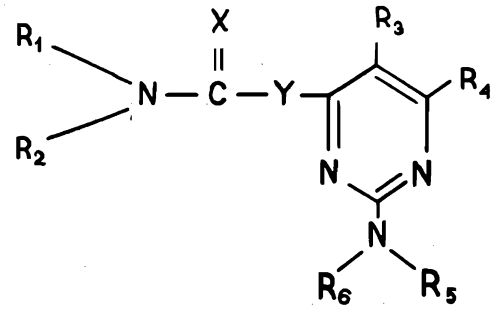
1. Środek do zwalczania szkodników, **znamienny tym**, że zawiera jako składnik czynny jeden lub więcej związków o ogólnym wzorze 1, w którym X i Y oznaczają atomy tlenu lub siarki: R_1, R_2, R_5 i R_6 oznaczają atomy wodoru, grupy alkilowe, alkenylowe, arylowe lub alkiloarylowe, ewentualnie podstawione lub R_1 i R_2 oraz R_5 i R_6 razem z sąsiednim atomem N tworzą podstawiony lub niepodstawiony pierścień heterocykliczny, R_3 i R_4 oznaczają atomy wodoru lub chlorowca, podstawione lub niepodstawione grupy alkilowe, alkenylowe, arylowe lub alkiloarylowe połączone z pierścieniem pirymidynowym bezpośrednio lub przez atom O-, S- lub N — lub razem oznaczają alkilenową grupę mostkową lub sól tego związku.

2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera jako składnik czynny 5,6-dwumetylo-2--dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidynę.

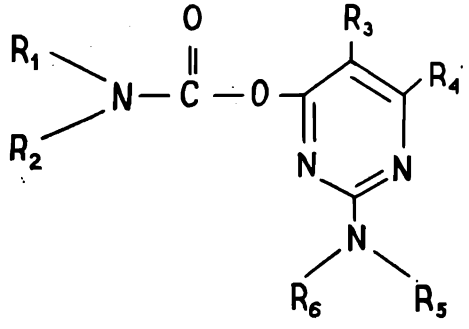
3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera jako składnik czynny 5-etylo-6-metylo-2--dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidynę.

4. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera jako składnik czynny 5-n-propylo-6-metylo-2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidynę.

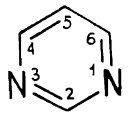
5. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera jako składnik czynny 5-/2-cyjanoetylo/6--metylo-2-dwumetyloamino-4-dwumetylokarbamoilooksypirymidynę.



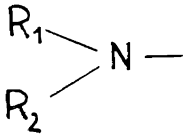
Wzór 1



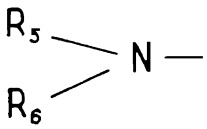
Wzór 2



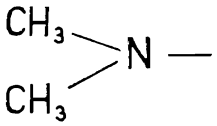
Wzór 3



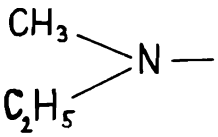
Wzór 4



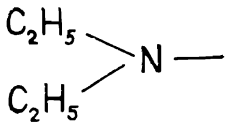
Wzór 5



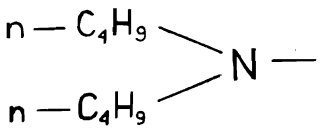
Wzór 6



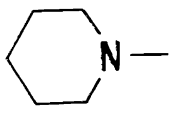
Wzór 7



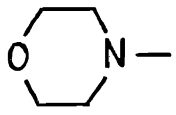
Wzór 8



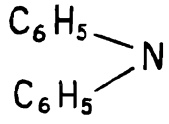
Wzór 9



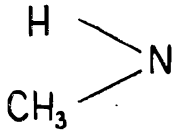
Wzór 10



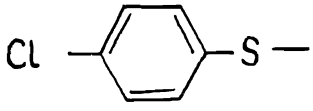
Wzór 11



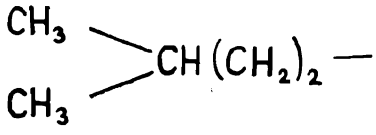
Wzór 12



Wzór 13



Wzór 14



Wzór 15

PZG w Pab., zam. 1347-70, nakł. 230 egz.