



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1306465** **A3**

(51) 4 A 01 N 43/50, 43/80,
C 07 D 413/04

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(21) 3248101/30-05
(22) 16.02.81
(31) 122633
(32) 19.02.80
(33) US
(46) 23.04.87. Бюл. № 15
(71) ШПГ Индастриз Инк (US)
(72) Джером Майкл Лаваниш (US)
(53) 632.981.12(088.8)
(56) Патент США № 3746704, кл. 542-420,
опублик. 1973.

(54) СПОСОБ УНИЧТОЖЕНИЯ СОРНЯКОВ
(57) Изобретение относится к сельскому хозяйству и может быть использовано в борьбе с сорняками при выращивании полезных растений. Целью изобретения является повышение эффективности способа. Способ заключается в обработке сорняков или почвы, на которой они произрастают, производным имидазолидинона, в качестве которого используют 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-4-окси-2-имидазолидинон. Количество используемого гербицида 0,56-11,2 кг/га. 2 табл.

(19) **SU** (11) **1306465** **A3**

Изобретение относится к сельскому хозяйству и может быть использовано в борьбе с сорняками при выращивании полезных растений.

Цель изобретения - повышение эффективности способа уничтожения сорняков с использованием в качестве гербицида производного имидазолидина-3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-4-окси-2-имидазолидинона.

П р и м е р 1. Синтез 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-4-окси-2-имидазолидинона.

А. Образование 5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазол-3-ил изоцианата.

В 3-горлую колбу, снабженную магнитной мешалкой, термометром и холодильником с сухим льдом (осушительной трубкой емкостью 300 мл), заливают 100 мл раствора этилацетата, содержащего 4,8 г (0,034 моль) и 3-амино-5-(1,1-диметилэтил)изоксазола. Через раствор барботируют обезвоженный хлористый водород (10 г), а затем через раствор барботируют 20 г фосгена, при этом раствор охлаждается в ледяной ванне. Раствор выдерживают при окружающей температуре в течение 17 ч, а затем колбу продувают аргоном до тех пор, пока не будет полностью удален COCl_2 . Раствор фильтруют в атмосфере азота, а затем осадок промывают бензолом, в результате чего образуется осадок, содержащий примерно 0,034 моль (5,6 г) 5-(1,1-диметилэтил)изоксазол-3-ил изоцианата.

Б. Образование 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-1-(2,2-диметоксиэтил)мочевины.

При окружающей температуре 4,2 г (0,035 моль) метиламиноацетальдегид диметилацетата в 15 мл бензола быстро добавляют в 50 мл раствора бензола, содержащего 0,034 моль (5,6 г) осадка 5-(1,1-диметилэтил)изоксазол-3-ил изоцианата. Полученный в результате шлам нагревают до температуры дефлегмирования, которую поддерживают в течение 2 мин, фильтруют, охлаждают и добавляют 20 мл гексана, но при выдерживании и охлаждении в холодильнике кристаллы не образуются. Затем шлам подвергают отгонке с получением легких фракций при помощи вакуума при 70°C , в результате чего образуется 5,7 г вязкого масла, со-

державшего 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-1-(2,2-диметоксиэтил)мочевины. Масло кристаллизуется при охлаждении, кристаллы

5 перекристаллизовывают из раствора этиловый эфир/гексан при охлаждении. Кристаллы удаляют при помощи фильтрации всасыванием и сушат на воздухе, в результате чего образуется 5,2 г
10 белых кристаллов 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-1-(2,2-диметоксиэтил)мочевины. Т.пл. $80-84^\circ\text{C}$, ИК-спектр (паста) полосы в 3260 , 1670 , 1600 и 1530 см^{-1} , ион
15 MS в m/e 285.

ЯМР-спектр (CDCl_3), δ : 9,11 (синглет, 1H); 6,61 (синглет, 1H); 4,52 (триплет, 1H); 3,42 (синглет, 8H); 3,50 (дублет, 8H); 3,13 (синглет, 3H); 1,30 (синглет, 9H).

С. Синтез 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-4-окси-2-имидазолидинона.

В колбу с круглым дном загружают 2,6 г 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-(2,2-диметоксиэтил)мочевины, 150 мл воды и 1,5 мл концентрированной соляной кислоты (HCl). Полученную в результате смесь
25 нагревают до образования одной фазы, на стенках колбы образуются кристаллы, смесь охлаждают, кристаллы откабливают, а раствор фильтруют. Кристаллический осадок промывают
30 дважды отдельными порциями воды, а затем сушат на воздухе, в результате чего образуется 1,9 г белых кристаллов 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-1-метил-4-окси-2-имидазолидинона. Т.пл. $173-177^\circ\text{C}$, ИК-спектр (паста) полосы в 3400 , 3140 , 1700 и 1590 см^{-1} .

ЯМР-спектр (CDCl_3), δ : 6,64 (синглет, 1H); 5,83 (мультиплет); 4,92 (широкий синглет, 1H); 3,83-3,17 (мультиплет, 2H); 2,89 (синглет, 3H); 1,30 (синглет, 9H).

Данные по гербицидной активности соединения по примеру 1 представлены в табл. 1 (послевсходовое внесение) и 2 (предвсходовое внесение).

Гербицидная активность этого соединения относительно различных видов сорных растений оценивается визуально, периодически после применения
55 производится определение численной степени поражения. Величина численной степени поражения измеряется по шка-

ле 0-10, где 0 соответствует отсутствию поражения, а 10 - полному поражению.

Этот параметр является количественной мерой, выраженной в процентах, для поражения различных видов сорняков.

В том случае, если величина численной степени поражения превышает 0, производят определение одной или нескольких характеристик степени физиологического воздействия с помощью визуальной оценки.

Степень физиологического воздействия является качественной характеристикой и определяет природу поражения, т.е. некроз, замедление роста, снижение всхожести и т.д.

Соединения применяют путем разбрызгивания раствора этого соединения в растворителе. В качестве

растворителя используют смесь, состоящую из ацетона: метанола: диметилформамида в соотношении 90:8:2 об/об смеси.

Предлагаемый способ позволяет снизить расход гербицида на единицу обрабатываемой поверхности и тем самым повысить его эффективность.

10 Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ уничтожения сорняков путем обработки их или почвы, на которой они произрастают, производными имидазолидинона, отличающийся тем, что, с целью повышения эффективности способа, в качестве производного имидазолидинона используют 3-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазоллил]-1-метил-4-окси-2-имидазолидинон в количестве 0,56-11,2 кг/га.

[illegible]

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0,56	-"	-"	-"	То же	-"	-"	10 (нек-роз, замедленный рост)	-"	-"	9 (нек-роз, замедленный рост)	-"	-"	14	25.VII.79
0,56	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	0	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз, замедленный рост)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	20	25.VII.79

Примечание. Испытание при интенсивном освещении началось 20 июня 1978 г.

Таблица 2

Доза, кг/га	Грудика	Дурман	Горчица	Сыть	Щетинник	Росичка	Гумай	Цикорий	Канатник	Ипомея	Овсяг	Куриное	День	Дата
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
11,2	9 (нек-роз, замедленный рост)	9 (нек-роз, замедленный рост)	9 (нек-роз, замедленный рост)	2 (хло-роз)	10 (нек-роз)	9 (замедленный рост, некроз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	8 (нек-роз, замедленный рост)	10 (нек-роз)	15	2.VII.79
11,2	10 (нек-роз)	То же	10 (нек-роз)	5 (замедленный рост, некроз)	То же	То же	То же	То же	То же	То же	10 (нек-роз)	10 (нек-роз)	23	-"

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
2,24	10 (некр- роз)	8 (некр- роз, замед- ные про- растание и рост)	10 (некр- роз)	4 (замед- ленный рост, хлороз)	10 (некр- роз)	9 (некр- роз, замед- ный рост)	8 (некр- роз, замед- ные про- растание и рост)	10 (некр- роз)	8 (некр- роз, замед- ные про- растание и рост)	8 (некр- роз, замед- ные про- растание и рост)	9 (некр- роз, замед- ленный рост)	10 (некр- роз)	14 (некр- роз)	17.VII.79
2,24	То же	То же	То же	6 (замед- ленный рост, некроз, хлороз)	То же	9 (замед- ленный рост, некроз)	9 (некр- роз, замед- ные про- растание и рост)	То же	10 (некр- роз)	10 (некр- роз)	9 (некр- роз)	То же	21	-"
1,12	9 (замед- ленный рост, некроз, хлороз)	7 (некр- роз, замед- ленный рост)	-"	4 (хло- роз)	8 (некр- роз)	То же	8 (некр- роз, замед- ленный рост)	-"	То же	9 (некр- роз, замед- ленный рост)	5 (замед- ленный рост, некроз)	-"	14	25.VII.79
1,12	10 (некр- роз)	8 (некр- роз, замед- ные про- растание и рост)	10 (некр- роз)	3 (хло- роз)	9 (некр- роз)	9 (некр- роз, замед- ленный рост)	9 (некр- роз, замед- ленный рост)	5 (некр- роз, замед- ленный рост)	10 (некр- роз)	8 (некр- роз, замед- ленный рост)	8 (некр- роз, замед- ленный рост)	10 (некр- роз)	20	25.VII.79
0,56	9 (замед- ленный рост, некроз, хлороз)	8 (некр- роз, замед- ленный рост)	То же	5 (замед- ленный рост, хлороз)	То же	9 (замед- ленный рост, некроз)	8 (некр- роз, замед- ленный рост)	10 (некр- роз)	То же	8 (некр- роз, замед- ленный рост)	То же	То же	14	25.VII.79
0,56	10 (некр- роз)	10 (некр- роз)	-"	6 (замед- ленный рост, некроз)	10 (некр- роз)	То же	То же	То же	-"	10 (некр- роз)	10 (некр- роз)	-"	20	-"

Примечание: Испытание при интенсивном освещении началось 20 июня 1978 г.