



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

219 159 B

(21) A bejelentés ügyszám: 4806/90
(22) A bejelentés napja: 1990. 06. 27.
(23) Módosítási elsőbbség: 1994. 07. 01.
(30) Elsőbbségi adatok:
02450/89 1989. 06. 29. CH
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/CH 90/00153
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 91/00278

(51) Int. Cl.⁷

A 01 N 43/54
C 07 D 239/54
C 07 D 239/70
C 07 D 239/96

(40) A közzététel napja: 1991. 11. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 2001. 02. 28.

(72) Feltalálók:

dr. Suchy, Milos, Pfaffhausen (CH)
dr. Winternitz, Paul, Greifensee (CH)
dr. Zeller, Martin, Bazel (CH)

(73) Szabadalmaz:

Novartis AG, Bazel (CH)

(74) Képvisező:

Machytka János, S. B. G. & K. Budapesti
Nemzetközi Szabadalmi Iroda, Budapest

(54) **3-Aril-uracil-származékok, ezeket hatóanyagként tartalmazó
herbicid készítmények és eljárás
a hatóanyag előállítására, valamint gyomnövények irtására**

KIVONAT

A találmány tárgyát az (I) általános képletű 3-aryl-uracil-származékok – mely képletben

R¹ hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport;

R² (1–4 szénatomos alkil)-szulfonil-(1–4 szénatomos alkil)-, di(1–4 szénatomos alkil)-foszfono-(1–4 szénatomos alkil)-, tri(1–4 szénatomos alkil)-szilil-(1–4 szénatomos alkil)-, (2–7 szénatomos alkanoil)-(1–4 szénatomos alkil)-, karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, {[3–9 szénatomos-(α -alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–4 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–8 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 3–6 szénatomos alkenil-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 5–8 szénatomos cikloalkenil-, 6–8 szénatomos bicikloalkil-, 6–8 szénatomos bicikloalkenil-, 2–7 szénatomos ciano-alkil- vagy (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R³ halogénatom vagy cianocsoport;

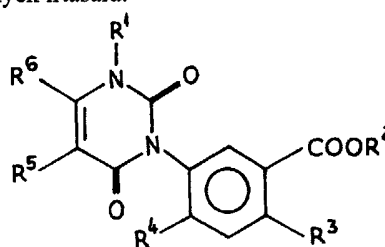
R⁴ hidrogénatom vagy halogénatom;

R⁵ hidrogénatom vagy fluoratom és

R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport –

és az olyan (I) általános képletű vegyületek megfelelő enol-éterei, amelyek képletében R¹ hidrogénatomtól eltérő jelentésű, továbbá az R¹ csoportként hidrogénatomot tartalmazó (I) általános képletű vegyületek sói.

A találmány szerinti vegyületek herbicid hatásúak és gyomirtó szerek hatóanyagaiként történő felhasználásra alkalmasak. Ennek megfelelően a találmány magában foglalja a gyomirtószer-készítményeket, melyek hatóanyagként találmány szerinti vegyületet tartalmaznak, az eljárás a hatóanyagok előállítására, valamint a találmány szerinti készítmény felhasználását gyomnövények irtására.



(I)

A leírás terjedelme 22 oldal (ezen belül 5 lap ábra)

HU 219 159 B

A találmány tárgyát 3-aryl-uracil-származékok, ezeket tartalmazó herbicid készítmények, valamint eljárás a hatóanyag előállítására, képezi. Az említett vegyületek az (I) általános képlettel jellemezhetők – mely képletben

R¹ hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport;

R² (1–6 szénatomos alkil)-szulfonil-(1–4 szénatomos alkil)-, di(1–6 szénatomos alkil)-foszfono-(1–4 szénatomos alkil)-, tri(1–6 szénatomos alkil)-szilil-(1–4 szénatomos alkil)-, (2–7 szénatomos alkanolil)-(1–4 szénatomos alkil)-, karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, {[3–9 szénatomos-(α -alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil}-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–8 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–8 szénatomos cikloalkenil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 5–8 szénatomos cikloalkenil-, 6–8 szénatomos bicikloalkil-, 6–8 szénatomos bicikloalkenil-, 2–7 szénatomos ciano-alkil- vagy (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R³ halogénatom vagy cianocsoport;

R⁴ hidrogénatom vagy halogénatom;

R⁵ hidrogénatom, fluoratom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, és

R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport, vagy

R⁵ és R⁶ együtt egy tri- vagy tetrametiléncsoportot alkotnak –

és az olyan (I) általános képletű vegyületek megfelelő enol-éterei is alkotják, melyek képletében R¹ hidrogénatomtól vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoporttól eltérő jelentésű, továbbá a találmány tárgyát képezik az R¹ csoportként hidrogénatomot tartalmazó (I) általános képletű vegyületek sói is.

A fent említett enol-éterek alatt tehát olyan (Ie) általános képletű vegyületek értendők, melyekben R^{1'} 1–4 szénatomos alkil-, vagy 3 vagy 4 szénatomos alkenil- vagy 3 vagy 4 szénatomos alkinilcsoport.

Az EP-A-195 346, EP-A-255 047 és az EP-A 260 621 számú szabadalmi leírásokból ismeretesek hasonló szerkezetű vegyületek.

A találmány szerinti vegyületek herbicid hatásúak és gyomirtó szerek hatóanyagaiként történő felhasználásra alkalmasak. Ennek megfelelően a találmány magában foglalja a hatóanyagot, a gyomirtó hatású készítményt, mely hatóanyagként találmány szerinti vegyületet tartalmaz és eljárást a hatóanyagok előállítására, valamint a találmány szerinti készítmények alkalmazását gyomnövények irtására.

A fenti (I) általános képletben „halogénatom” alatt fluor-, klór-, bróm- és jódatom értendő. Az alkil-, alkenil- és alkinilcsoportok egyenes vagy elágazó láncúak lehetnek, ugyanez vonatkozik a halogén-alkil-, alkil-szulfonil-alkil- és más alkil-, alkenil-, illetve alkinil-

csoportokat tartalmazó csoportok alkil-, alkenil- vagy alkinilrészére is. Egy halogén-alkil-csoport egy vagy több, azonos vagy különböző halogénatomokat tartalmazhat.

5 Az R² csoport például a következő csoportokat jelent: acetil-metil-csoport, 2-acetil-etil-, propionil-metil-, ciano-metil-, trimetil-szilil-metil-, 2-(trimetil-szilil)-etil-, 2-(metil-szulfonil)-etil-, metoxi-karbonil-metil-, etoxi-karbonil-metil-, 1-(metoxi-karbonil)-etil-, 1-
10 (etoxi-karbonil)-etil-, 1-(etoxi-karbonil)-1-metil-etil-, 2-(etoxi-karbonil)-1-metil-etil-, 2-fenoxi-etil-, 2-ciklohexenil-, 2-ciano-etil-, 2-norbomanil-, 5-norbornen-2-il-, 2-(allil-oxi)-etil- és 2-(propargil-oxi)-etil-csoport.

Az (I) általános képletű vegyületek sóiként főként alkálifémsók, például nátrium- és káliumsók; alkáliföld-
15 fémsók, például kalcium- és magnéziumsók; ammóniumsók, azaz szubsztituátlan ammóniumsók és mono- vagy többszörösen szubsztituált ammóniumsók, például trietil-ammónium- és metil-ammónium-sók, valamint más szerves bázisokkal, például piridinnel alkotott sók jönnek számításba.

Amennyiben az (I) általános képletű vegyületekben legalább egy aszimmetrikus szénatom van, a vegyületek optikai izomerjeik alakjában is előfordulhatnak.

25 Amennyiben a találmány szerinti vegyületekben egy alifás szén-szén kettős kötés fordul elő, geometriai izoméria is felléphet. Az (I) általános képlet magában foglalja az összes lehetséges izomeralakokat, valamint ezek keverékeit.

30 Amennyiben R¹ 3 vagy 4 szénatomos alkenilcsoport, 3 vagy 4 szénatomos alkinilcsoport vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport, ezek jelentése előnyösen allil-, propargil-, illetve difluor-metil-csoport. Abban az esetben, ha R⁶ halogén-alkil-csoportot jelent, ez előnyösen trifluor-metil- vagy pentafluor-etil-csoport. Egy esetleg jelen levő halogénatom előnyösen fluor-, klór- vagy brómatomot jelent.

A találmány szerinti vegyületek egy érdekes csoportját alkotják az olyan (I) általános képletű vegyületek, melyekben R² karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-
40 csoporttól eltérő jelentésű és R⁵ hidrogénatom, fluoratom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport és R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport, továbbá idesorolandók az ilyen vegyületek enol-éterei és sói is.

Egymástól függetlenül R¹ előnyösen egyenes láncú 1–4 szénatomos alkil-, főként metilcsoportot jelent; R² előnyösen (2–7 szénatomos alkanolil)-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, {[3–9 szénatomos-(α -alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil}-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)- vagy (3–8 szénatomos cikloalkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;
55 R³ előnyösen klór- vagy brómatomot, vagy cianocsoportot jelent; R⁴ előnyösen hidrogénatom vagy fluoratom; R⁵ előnyösen hidrogén- vagy fluoratom, vagy metilcsoport; és R⁶ előnyösen metil-, trifluor-metil- vagy pentafluor-etil-csoportot jelent.
60

(I) általános képletű előnyös vegyületek a következők:

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-
etil-észter
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-
pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-
metil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-
pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-
terc-butil-észter,
2-etil-2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-
1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-2-metil-pro-
pionsav-etil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-
propionsav-metil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-propionsav-
izopropil-észter,
2-etil-2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-
(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-
propionsav-etil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propion-
sav-terc-butil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propion-
sav-allil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propion-
sav-ciklopentil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-propionsav-
etil-észter,
2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propion-
sav-etil-észter,
2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-me-
til)-1(2H)-pirimidinil]-benzoészter és
3-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-
metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-butánsav-etil-
észter.

Az (I) általános képletű vegyületek és enol-éterek, valamint sóik előállítására a találmány szerint úgy járunk el, hogy

a) olyan (I) általános képletű vegyületek, valamint kívánt esetben ezen vegyületek fémsoói előállítására, melyekben R^1 hidrogénatomot jelent, (II) általános képletű vegyületet – ahol R^2 , R^3 , R^4 , R^5 és R^6 az előzőekben megadott jelentésű és R^7 rövid szénláncú alkil-, előnyösen 1–4 szénatomos alkilcsoport – bázikus körülmények között gyűrűzárunk és kívánt esetben, amennyiben az (I) általános képletű uracilszármazék fémsoóját nyerjük, ezt savval kezelve sav formájúvá alakítjuk (R^1 hidrogénatom),

b) olyan (I) általános képletű vegyületek, valamint kívánt esetben ezen vegyületek fémsoói, előállítására, melyekben R^1 hidrogénatom és R^6 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoporttól eltérő jelentésű, (III) általános kép-

letű vegyületet – ahol R^2 , R^3 , R^4 , R^5 és R^7 az előzőekben megadott jelentésű és R^6 1–4 szénatomos alkil-csoport vagy az R^5 csoporttal együtt tri- vagy tetrametilén-csoport – bázikus körülmények között gyűrűzárunk és kívánt esetben, amennyiben az (I) általános képletű uracilszármazék fémsoóját nyerjük, ezt savval kezelve sav formájúvá alakítjuk (R^1 hidrogénatom),

c) olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, melyekben R^1 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoportot jelent, (I') általános képletű uracilszármazékot – ahol R^2 , R^3 , R^4 , R^5 és R^6 az előzőekben megadott jelentésű – egy megfelelő 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoportot tartalmazó alkilezőszerrel alkilezünk,

d) olyan (I) általános képletű vegyületek, valamint a megfelelő enol-éterek előállítására, mely képletben R^1 hidrogénatomtól eltérő jelentésű, (IV) általános képletű benzoészter – ahol $R^{1'}$ 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport és R^3 , R^4 , R^5 és R^6 az előzőekben megadott jelentésű – vagy a megfelelő enol-étert – ahol a benzoészter, illetve enol-étert egy reakcióképes származéka alakjában alkalmazhatjuk – (V) általános képletű hidroxivegyülettel, ahol R^2 az előzőekben megadott jelentésű, vagy e hidroxivegyület egy reakcióképes származékával észterezzük,

e) olyan (I) általános képletű vegyületek, valamint a megfelelő enol-éterek előállítására, melyekben R^3 cianocsoportot jelent, (I'') általános képletű 2-halogénbenzoészter – ahol $R^{3'}$ halogénatom, előnyösen klór- vagy brómatom és R^1 , R^2 , R^4 , R^5 és R^6 az előzőekben megadott jelentésű – vagy a megfelelő enol-étert fém-cianidval kezeljük,

és kívánt esetben az a), b) vagy f) eljárással kapott (I) általános képletű olyan vegyületet, ahol R^1 hidrogénatomot jelent, sóvá alakítunk.

Az a) vagy b) eljárásváltozat szerinti gyűrűzárási reakciót célszerűen úgy végezhetjük, hogy a (II), illetve (III) általános képletű vegyületet inert, protikus, szerves oldószerben, például alkoholban, előnyösen metanolban, etanolban vagy izopropanolban; inert aprotikus oldószerben, például alifás vagy ciklusos éterben, előnyösen 1,2-dimetoxi-etánban, tetrahidrofuránban vagy dioxánban, vagy aromás oldószerben, például benzolban vagy toluolban; inert aprotikus, poláros szerves oldószerben, például dimetil-formamidban vagy dimetil-szulfoxidban, ahol az ilyen oldószereket adott esetben szénhidrogénnel, például n-hexánnal vagy toluollal kétfázisú keverékben használhatjuk; vagy vízben bázissal kezeljük –78 °C és a reakcióelegy visszafolyási hőmérséklete közti hőfokon. Bázisokként előnyösen nátrium-alkoholátok, alkálifém-hidroxidok, főként a nátrium-hidroxid és a kálium-hidroxid, alkálifém-karbonátok, főként a nátrium-karbonát és a kálium-karbonát és a nátrium-hidrid jönnek számításba. Amennyiben oldószerként alkanolt használunk, ez az oldószer célszerűen a szükséges R^2 -OH képletű hidroxivegyület; ezzel a nemkívánatos átészterezési reakciókat elkerüljük. Amennyiben bázisként ná-

rium-hidridet alkalmazunk, az oldószer előnyösen alifás vagy ciklusos éter, dimetil-formamid vagy dimetil-szulfid, és ezen oldószerek mindegyike használható toluollal alkotott keverék alakjában is.

A fent említett bázisok egyikének vagy ilyeneknek az alkalmazása esetén a gyűrűzárási reakció befejeződése után a terméket a megfelelő alkálifém só alakjában nyerjük. Ezt az önmagában ismert módon elkülönítjük és tisztítjuk, vagy a keveréket savanyítjuk, hogy az ekkor nyerhető (I) általános képletű vegyület izolálódjon. A savanyítást célszerűen ásványi savval, például sósavval vagy erős szerves savval, például ecetsavval vagy sósavval végezzük.

A c) eljárásváltozatnál említett „alkilezés” azt jelenti, hogy az uracilmag N¹-atomjához kapcsolódó hidrogénatomot 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoporttal szubsztituáljuk. Alkilezőszerekként célszerűen 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil- vagy 3 vagy 4 szénatomos alkinil-halogenidet, főként a megfelelő -kloridot, -bromidot vagy -szulfátot, illetve többszörösen halogénezett 1–4 szénatomos alkánt, például klór-difluor-metánt, vagy mono- vagy többszörösen halogénezett alként, például tetrafluor-etént használunk.

Az alkilezést célszerűen inert, protikus szerves oldószer, például rövid szénláncú alkanol, előnyösen etanol, adott esetben vízzel alkotott elegye; inert, aprotikus szerves oldószer, például alifás vagy ciklusos éter, előnyösen 1,2-dimetoxi-etán, tetrahydrofuran vagy dioxán; keton, például aceton vagy butan-2-on; vagy inert, aprotikus, poláros szerves oldószer, például dimetil-formamid, dimetil-szulfid vagy acetonitril jelenlétében, valamint bázis, például nátrium-hidrid, egy alkálifém-hidroxid, főként nátrium- vagy kálium-hidroxid, alkálifém-alkoholát, főként nátrium-alkoholát vagy alkálifém-karbonát, vagy -hidrogén-karbonát, főként nátrium-karbonát, kálium-karbonát, nátrium-hidrogén-karbonát vagy kálium-hidrogén-karbonát jelenlétében, 0 °C és a reakcióelegy visszafolyási hőmérséklete közti, vagy abban az esetben, ha az N¹-atom hidrogénatomját 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoporttal szubsztituáljuk, előnyösen 50 °C és 100 °C közti hőmérséklet-tartományban végezzük. Az eljárásváltozat előnyös kiviteli módja során az (I') általános képletű uracilszármazékot dialkil-szulfáttal együtt alkálifém-hidrogén-karbonát, főként nátrium- vagy kálium-hidrogén-karbonát jelenlétében, oldószerben, például acetonban reagáltatjuk a reakcióelegy visszafolyási hőmérsékleténél. A reakció az alkalmazott oldószertől függően általában viszonylag rövid idő alatt vagy néhány óra múlva befejeződik.

A d) eljárásváltozat a benzoésav vagy az enol-éter, illetve ezek valamely reakcióképes származékának észterezése, melyet az önmagukban ismert módszerekkel végezhetünk. Így például a (IV) általános képletű benzoésav vagy a megfelelő enol-éter sóját az (V) általános képletű hidroxivegyület halogenidjével, főként kloridjával, bromidjával vagy jodidjával, vagy szulfátjával, mezilátjával vagy tozilátjával inert hígítószerben,

szobahőmérséklet és 100 °C közti hőfokon, például a reakcióelegy visszafolyási hőmérsékleténél, előnyösen 40 °C és 70 °C közti hőmérséklet-tartományban reagáltatjuk. A benzoésav vagy a megfelelő enol-éter sóiként főként alkálifém sók, például a nátrium-, kálium- vagy lítiumsó, alkáliföldfém sók, például a nátrium-, kálium- vagy lítiumsó, alkáliföldfém sók, például a magnézium-, kalcium- vagy bárium-só, és a szerves bázisokkal, például terciér aminokkal, például trietil-ammal, 1,5-diaza-biciklo[4,3,0]non-5-énnel, 1,8-diaza-biciklo[5,4,0]undec-7-énnel és 1,4-diaza-biciklo[2,2,2]oktánal alkotott sók jönnek számításba, mely sók közül az alkálifém sók, főként a nátrium- és káliumsók előnyösek. Az alkalmazható hígítószernek főként inert szerves oldószerek, például rövid szénláncú alkanolok, előnyösen etanol, alifás és ciklusos éterek, például a dietil-éter, tetrahydrofuran és a dioxán, ketonok, például az aceton és a 2-butanon; dimetil-formamid, dimetil-szulfid, acetonitril és a hexametil-foszforsav-triamid. A sót in situ is előállíthatjuk úgy, hogy a savat szerves bázissal, például alkálifém- vagy alkáliföldfém-karbonáttal, -hidrogén-karbonáttal, -hidroxiddal vagy -hidriddel, illetve szerves bázissal sóvá alakítjuk, és ezt ugyanabban a reakcióközegben reagáltatjuk a következő reakciópartnerrel.

Abban az esetben, ha (IV) általános képletű benzoésav vagy a megfelelő enol-éter reakcióképes származékaként savhalogenidet használunk, ezt célszerűen az (V) általános képletű hidroxivegyülettel inert szerves oldószerben, alifás vagy ciklusos éterben, például dietil-éterben, 1,2-dimetoxi-etánban, tetrahydrofuranban vagy dioxánban, alifás vagy aromás szénhidrogénben, például n-hexánban, benzolban vagy toluolban, vagy halogénezett, főként klórozott szénhidrogénben, például metilén-kloridban, kloroformban vagy szén-tetrakloridban, -20 °C és 100 °C közti, előnyösen 0 °C és 50 °C közti hőmérséklet-tartományban reagáltatjuk. A reakciót célszerűen savkötő szer, például szerves bázis, előnyösen trietil-amin, piridin, 4-(dimetil-amino)-piridin, 1,5-diaza-biciklo[4,3,0]non-5-én, 1,8-diaza-biciklo[5,4,0]undec-7-én vagy 1,4-diaza-biciklo[2,2,2]oktán jelenlétében végezzük. Az alkalmazott savhalogenid előnyösen a savklorid.

A (IV) általános képletű benzoésav vagy a megfelelő enol-éter további szóba jöhető reakcióképes származékaiként a megfelelő O-acil-1,3-diciklohexil-izokarbamidok és a megfelelő N-acil-imidazolok vagy savanhidridek említendők. Az ilyen származékokat, mint például a savhalogenideket az (V) általános képletű hidroxivegyületekkel reagáltathatjuk, így a kívánt benzoésav-észterekhez jutunk. Ezekben az esetekben azonban szükséges a savmegkötő szer alkalmazása.

Az (e) eljárásváltozat a benzolmag halogén-subsztituensének kicserélési reakciója. Ezt a halogénatomot tehát cianocsoportra cseréljük a fém-cianid segítségével. Ez utóbbi főként egy átmenetifém cianidja, előnyösen réz(I)-cianid. A reakciót célszerűen aprotikus, poláros oldószer, például alkil-nitril, előnyösen acetó-, propio- vagy butironitril; alkil-karbamid, például N,N,N',N'-tetrametil-karbamid; dialkil-amid, pél-

dául dimetil-formamid; dialkil-szulfoxid, például dimetil-szulfoxid; N-metil-2-pirrolidon; 1,3-dimetil-imidazolidin-2-on; 1,3-dimetil-3,4,5,6-tetrahidro-1(2H)-piridinon vagy hexametilén-foszforsav-triamid jelenlétében, emelt hőmérsékleten, például 150 °C és 250 °C közötti hőmérséklet-tartományban végezzük. Az (I'') általános képletű kiindulási anyagban R⁴ előnyösen hidrogénatom vagy fluoratom.

Amennyiben a fent leírt bázisos gyűrűzárási reakciókkal az (I) általános képletű vegyületek – amelyekben R¹ hidrogénatomot jelent – kívánt sói közvetlen nem állíthatók elő, akkor ezekhez az önmagában ismert módon úgy is hozzájuthatunk, hogy az említett (I) általános képletű vegyületeket szerves bázisban feloldjuk. A sóképződés általában rövid idő alatt szobahőmérsékleten bekövetkezik. Ennek az eljárásnak egy kiviteli módja szerint a nátriumsót úgy állítjuk elő, hogy az (I) általános képletű uracilszármazékot vízzel készített nátrium-hidroxid-oldatban szobahőmérsékleten oldjuk, az uracilszármazék és a nátrium-hidroxid egyenértéknyi mennyiségét használva. A szilárd sóat azután megfelelő inert oldószerezrel végzett leválasztással vagy az oldószer lepárlásával különíthetjük el. A sóképzés egy másik kiviteli módja szerint az (I) általános képletű uracilszármazék alkálifémsójának vízzel készített oldatát olyan só vízzel készített oldatához adjuk, mely alkálifémionként egy másik fémiot tartalmaz, így az uracilszármazék második fémsója képződik. Ez az eljárás mód általában a vízben oldhatatlan uracil-fémsók előállításánál használható.

A keletkezett (I) általános képletű vegyületeket, enol-étereket, valamint sókat önmagukban ismert módszerekkel izolálhatjuk és tisztíthatjuk. Továbbá a szakemberek számára ismert, hogy a c)–e) eljárásváltozatok lehetséges kombinációit milyen sorrendben célszerű végezni, hogy a nem kívánt konkurens reakciókat elkerüljük.

Amennyiben nem az a cél, hogy egy tiszta izomert különítsünk el, a terméket kettő vagy több izomer keverékeként választhatjuk le. Az izomerek az önmagukban ismert módszerekkel választhatók szét. Kívánt esetben például tiszta, optikailag aktív izomereket állíthatunk elő a megfelelő optikailag aktív kiindulási anyagokból végzett szintézisekkel is.

A (II) általános képletű kiindulási anyagok újak, és az önmagában ismert módon például az 1. reakcióvázlatban ismertetett aa), bb) és cc) módszerekkel állíthatók elő.

Ebben az 1. reakcióvázlatban az R², R³, R⁴, R⁵, R⁶, R^{6'} és R⁷ szubsztituensek az előzőekben megadott jelentésűek; R^{5''} hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkil- vagy az R^{6'} csoporttal együtt tri- vagy tetrametilén-csoport; és R⁹ rövid szénláncú alkil-, előnyösen 1–4 szénatomos alkilcsoportot jelent.

Az aa) módszert alkalmazva célszerűen úgy dolgozunk, hogy a (IX) és (X) általános képletű vegyületeket lényegében vízmentes oldószerben, savas katalizátor jelenlétében emelt hőmérsékleten reagáltatjuk egymással. Hígítószerként főként vízzel azeotrop elegyet alkotó szerves oldószerek, például aromás oldószerek,

előnyösen a benzol, toluol vagy xilolok; halogénezett szénhidrogének, például a metilén-klorid, kloroform, szén-tetraklorid és klór-benzol; és alifás és ciklusos éterek, például az 1,2-dimetoxi-etán, tetrahydrofurán és dioxán jönnek számításba, és savas katalizátorokként főként erős ásványi savak, például a kénsav és sósav; szerves savak, például a p-toluolszulfonsav; foszfort tartalmazó savak, például az ortofoszforsav és polifoszforsav; és savas kationcserélők, például az „Amberlyst 15” (Fluka) említendő. A reakciót általában 70 °C és 120 °C közötti hőmérséklet-tartományban, előnyösen a reakcióelegy visszafolyási hőmérsékleténél végezzük. Ilyen reakciókörülmények között elérhető a reakcióban képződött víz kívánt gyors eltávolítása.

A bb) módszer szerinti reakciót célszerűen egy lényegében vízmentes, aprotikus szerves oldószer, például alifás vagy ciklusos éter, előnyösen dietil-éter, 1,2-dimetoxi-etán, tetrahydrofurán vagy dioxán, alifás vagy aromás szénhidrogén, például n-hexán, benzol, toluol vagy xilol; vagy egy halogénezett, alifás szénhidrogén, például metilén-klorid, kloroform, szén-tetraklorid vagy 1,2-diklór-etán jelenlétében, valamint adott esetben bázis, főként szerves, terciér bázis, például trietilamin vagy piridin jelenlétében – ahol ez utóbbi oldószerként és bázisként is használható – vagy fém-hidrid, például nátrium-hidrid vagy kálium-hidrid jelenlétében végezzük. A reakció során előnyösen –80 °C és 50 °C közötti, különösen előnyösen –30 °C és szobahőfok közötti hőmérséklet-tartományban dolgozunk.

A cc) módszer szerinti reakciót célszerűen inert, vízzel elegyedő szerves oldószerben, például alifás vagy ciklusos éterben, előnyösen 1,2-dimetoxi-etánban, tetrahydrofuránban vagy dioxánban, vagy rövid szénláncú alkanolban, például etanolban, 50 °C és 100 °C közötti hőmérsékleten, előnyösen a reakcióelegy visszafolyási hőmérsékleténél, vagy aromás oldószerben, például benzolban, toluolban vagy xilolban savas katalizátor, például sósav vagy p-toluolszulfonsav jelenlétében 50 °C és 100 °C, előnyösen 60 °C és 80 °C közötti hőmérséklet-tartományban végezzük.

A (III) általános képletű kiindulási anyagok szintén újak és az önmagában ismert módon, például a 2. reakcióvázlatban feltüntetett dd), ee) és ff) módszerrel állíthatók elő.

A 2. reakcióvázlatban az R², R³, R⁴, R⁵, R^{6'} és R⁷ szubsztituensek az előzőekben megadott jelentésűek; R^{5''} hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport; R^{6''} 1–4 szénatomos alkilcsoport; és R¹⁰ hidrogénatom vagy 1–3 szénatomos alkilcsoport.

A (XV) általános képletű amin (XIV) általános képletű diketénnel történő dd) módszer szerinti reakcióját célszerűen vízmentes inert aprotikus oldószerben, például egy halogénezett szénhidrogénben, előnyösen metilén-kloridban, kloroformban, szén-tetrakloridban vagy klór-benzolban, aromás szénhidrogénben, például benzolban, toluolban vagy xilolban, vagy alifás vagy ciklusos éterben, például dietil-éterben, 1,2-dimetoxi-etánban, tetrahydrofuránban vagy dioxánban, bázikus katalizátor, például 4-pirrolidino-piridin, 4-(dimetil-amino)-piridin, 1,4-diaza-biciklo[2,2,2]oktán, 1,5-diaza-bicik-

lo[4,3,0]non-5-én, 1,8-diaza-biciklo[5,4,0]undec-7-én vagy dietil-amin jelenlétében végezzük. Mivel a reakció exoterm, általában -10 °C és 50 °C közti hőfokon, előnyösen szobahőmérsékleten dolgozunk.

A (XVII) és (XV) általános képletű vegyületek ee) módszer szerinti reakcióját célszerűen vízmentes, inert, aprotikus oldószerben, 70 °C és 140 °C közti, előnyösen 100 °C és 120 °C közti hőmérsékleten végezzük. Ilyen jellegű megfelelő oldószerek főként az aromások, például a benzol, toluol és xilolok; halogénezett szénhidrogének, például a szén-tetraklorid, triklór-etán, tetraklór-etán és klór-benzol; és alifás és ciklusos éterek, például a dibutil-éter, 1,2-dimetoxi-etán, tetrahidrofurán és dioxán.

Az ff) módszer szerinti reakció egy aminolízis, melyet célszerűen vízmentes oldószerben vagy oldószer nélkül [lásd például J. Soc. Dyes Col. 42, 81 (1926, Ber. 64, 970 (1931) és J.A.C.S. 70, 2402 (1948)] emelt hőmérsékleten végzünk. Oldószerként főként inert, aprotikus oldószerek, például adott esetben halogénezett aromások, előnyösen a toluol, xilolok vagy klór-benzolok jönnek számításba. Általában 130 °C és 160 °C közti hőmérsékleten dolgozunk. A reakció során adott esetben bázikus katalizátort például egy magas forráspontú amint [lásd például Helv. Chim. Acta 11, 779 (1928) és 2 416 738 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás] vagy piridint alkalmazunk.

Az így előállított (XVI), (XVIII), illetve (XIX) általános képletű vegyületet a (XX) általános képletű karbamidsav-(rövid szénláncú)-alkil-észterrel célszerűen lényegében vízmentes hígítószerben és savas katalizátor jelenlétében, emelt hőmérsékleten reagáltatjuk. Hígítószerként főként a vízzel azeotrop elegyet alkotó szerves oldószerek, például aromások, előnyösen benzol, toluol és xilolok; és halogénezett szénhidrogének, például a szén-tetraklorid, klór-benzol és savas katalizátorokként főként erős ásványi savak, például a kénsav; szerves savak, például a p-toluolszulfonsav; foszfort tartalmazó savak, például az ortofoszforsav és polifoszforsav; és savas kationcserélők, például az „Amberlyst 15” (Fluka) jönnek számításba. Általában körülbelül -70 °C és 150 °C közötti hőmérsékleten, előnyösen a reakcióelegy visszafolyási hőmérsékleténél dolgozunk. Ilyen reakciókörülmények között elérhető a reakció során képződött víz kívánt, gyors eltávolítása.

A (IV) általános képletű kiindulási anyagokat és előállításukat nagyrészt a 195 346 számú európai szabadalmi leírásban ismertetik. Az olyan (IV) általános képletű kiindulási anyagok, melyeknek előállítását nem írták le, az ismert kiindulási anyagokhoz hasonlóan állíthatók elő. A (IV) általános képletű benzoésavak szintén kiindulási anyagokként használható reakcióképes származékaikat ezekből a benzoésavakból az önmagukban ismert módszerekkel állíthatjuk elő. A (IV) általános képletű benzoésavaknak a d) eljárásváltozatban szintén kiindulási anyagokként használható enol-étereit, azaz a (IVa) általános képletű vegyületeket a WO 88/10 254 számon nyilvánosságra hozott PCT szabadalmi leírásban ismertetik.

A c) és e) eljárásváltozatoknál kiindulási anyagokként alkalmazott (I'), illetve (I'') általános képletű ura-

cilszármazékok az (I) általános képletű vegyületek alcsoportjait alkotják. A d) és f) eljárásváltozatoknál alkalmazott, valamint az 1. és 2. reakcióvázlatban feltüntetett kiindulási anyagok, illetve reagensek vagy ismeretek, vagy önmagukban ismert módszerekkel előállíthatók.

Az (I) általános képletű vegyületek, valamint enol-étereik vagy sóik alkalmasak arra, hogy a növény-növekedést, főként a nem kívánt növény-növekedést szabályozzák, gátolják vagy megakadályozzák. A vegyületek értékes herbicid tulajdonságokkal rendelkeznek, és alkalmasak gyomnövények – ideértve a fűféléket is –, például *Abutilon theophrasti*, *Amaranthus retroflexus*, *Cassia obtusifolia*, *Chenopodium album*, *Chrysanthemum segetum*, *Datura stramonium*, *Digitaria sanguinalis*, *Echinochloa crus-galli*, *Galium aparine*, *Matricaria chamomilla*, *Setaria faberii*, *Sinapis arvensis* és *Xanthium pennsylvanicum* irtására különböző haszonnövény-kultúrákban, például repce-, szója-, gyapot-, rizs-, búza- és kukoricakultúrában. Ezenfelül a vegyületek kikelés előtti és utáni herbicidekként is használhatók. A vegyületek alkalmasak továbbá nem kívánt növény-növekedés szabályozására például burgonyánál, gyapotnál, napraforgónál és vízigyomnövényeknél. A burgonya és gyapot szedésének megkönnyítésére például leégetőszerekként használhatók.

A gyakorlatban a kívánt herbicid hatás eléréséhez 1 g–3 kg találmány szerinti vegyület/ha, előnyösen 10 g–1 kg találmány szerinti vegyület/ha adagolása elegendő. Különösen előnyös, ha a találmány szerinti vegyületet 15–500 g/ha dózisban alkalmazzuk.

A találmány szerinti gyomirtószerek készítménye azal jellemezhető, hogy 0,001–95 tömeg% mennyiségben legalább egy olyan (I) általános képletű vegyületet, ahol a képletben

R¹ hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport;

R² (1–4 szénatomos alkil)-szulfonil-(1–4 szénatomos alkil)-, di(1–4 szénatomos alkil)-foszfono-(1–4 szénatomos alkil)-, tri(1–4 szénatomos alkil)-szilil-(1–4 szénatomos alkil)-, (2–7 szénatomos alkanolil)-(1–4 szénatomos alkil)-, karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, {[3–9 szénatomos-(α -alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–4 szénatomos alkoxi)-karbonil}-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–8 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 3–6 szénatomos alkenil-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 5–8 szénatomos cikloalkenil-, 6–8 szénatomos bicikloalkil-, 6–8 szénatomos bicikloalkenil-, 2–7 szénatomos ciano-alkil- vagy (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R³ halogénatom vagy cianocsoport;

R⁴ hidrogénatom vagy halogénatom;

R⁵ hidrogénatom vagy fluoratom és

R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halo-
gén-alkil-csoport –

vagy ennek enol-éterét vagy sóját, valamint formálási
segédanyagokat tartalmaz. A készítmény célszerűen a
következő formálási segédanyagok közül legalább
egyét tartalmaz: szilárd hordozóanyagok; oldó-, illetve
diszpergálószer; tenzidek (nedvesítőszer és emul-
geátorok); diszpergálószer (tenzidhatás nélkül); és
stabilizátorok. Az ilyen és más segédanyagok felhaszná-
lásával ezeket a vegyületeket, tehát a herbicid hatóanya-
gokat a szokásos készítményekké, például porózósze-
rekké, porokká, granulátumokká, oldatokká, emulziók-
ká, szuszpenziókká, emulgeálható koncentrátumokká,
pasztákká és más hasonlókká alakíthatjuk.

Az (I) általános képletű vegyületek és enol-étereik
általában vízben oldhatatlanok, ezzel szemben a sók, fő-
ként az alkálifémsók és ammóniumsók általában víz-
oldhatók, és a vízben oldhatatlan, illetve vízoldható ve-
gyületekre vonatkozó módszerekkel a megfelelő formá-
lási segédanyagok felhasználásával alakíthatók a szoká-
sos készítményekké. A szerek előállítását az önmagá-
ban ismert módon végezzük, például a mindenkori ható-
anyagot szilárd hordozóanyaggal keverjük, megfelelő
oldó- és diszpergálószerben oldjuk vagy szuszpendál-
juk, általában tenzidek mint nedvesítőszer vagy emul-
geátorok és/vagy diszpergálószer felhasználása köz-
ben, a már előre elkészített emulgeálható koncentrá-
túmot oldó- vagy diszpergálószerrel hígítjuk, vagy más
hasonló eljárást alkalmazunk.

Szilárd hordozóanyagokként lényegében a követke-
zők jönnek számításba: természetes ásványi anyagok,
például a kréta, dolomit, mészkő, agyag és kovács és
sói (előnyösen kovaföld, kaolin, bentonit, talkum, attap-
ulgit és montmorillonit); szintetikus ásványi anyagok,
például nagy diszperzitású kovács, alumínium-oxid és
szilikátok; szerves anyagok, például cellulóz, keményí-
tők, karbamid és műgyanták; és tápanyagok, például
foszfátok és nitrátok. Ezek a hordozóanyagok például
por vagy granulátum alakjában állhatnak rendelkez-
ésre.

Oldó-, illetve diszpergálószerként lényegében a
következők jönnek számításba: aromások, például a
benzol, toluol, xilolok és alkil-naftalinok; klórozott aro-
más és klórozott alifás szénhidrogének, például klór-
benzolok, klór-etilén és a metilén-klorid; alifás szén-
hidrogének, például ciklohexán és a paraffinok, előnyö-
sen kőolajfrakciók; alkoholok, például butanol és
glikol, valamint ezek étere és észterei; ketonok, pél-
dául aceton, metil-etil-keton, metil-izobutil-keton és
ciklohexanon; és erősen poláros oldó-, illetve diszpergá-
lószer, például dimetil-formamid, N-metil-pirrolidon
és dimetil-szulfoxid – előnyösen az ilyen oldószer
gyulladásponja legalább 30 °C és forráspontja leg-
alább 50 °C – és a víz. Oldó- és diszpergálószerként
számításba jönnek az úgynevezett cseppfolyósított gáz-
halmazállapotú töltőanyagok vagy hordozóanyagok is,
az ilyen termékek szobahőmérsékleten gáz-halmazál-
lapotúak. Példaként említendő főként az aeroszol hajtó-
gázok, például propán és izobután, és halogénezett szén-
hidrogének, például diklór-difluor-metán. Amennyiben

a találmány szerinti gyomirtó szer nyomógázzal töltött
tartályban kiszerelt alakú, a hajtógázhhoz célszerűen egy
oldószer is keverünk.

A tenzidek (nedvesítőszer és emulgeátorok) lehet-
nek nemionos vegyületek, például zsírsavak, zsíralko-
holok vagy zsír-szubsztituált fenolok etilén-oxiddal al-
kotott kondenzációs termékei; cukrok vagy többértékű
alkoholok zsírsav-észterei vagy -étere; cukrok vagy
többértékű alkoholok etilén-oxiddal alkotott kondenzá-
ciós termékei; etilén-oxid és propilén-oxid blokkpoli-
merjei, vagy alkil-dimetil-amin-oxidok.

A tenzidek lehetnek anionos vegyületek is, például
szappanok; zsír-szulfát-észterek, például dodecil-ná-
trium-szulfát, oktadecil-nátrium-szulfát és a cetil-ná-
trium-szulfát; alkil-szulfonátok, aril-szulfonátok és
zsír-aromás szulfonátok, például alkil-benzolszulfon-
átok, előnyösen kalcium-dodecil-benzolszulfonát és a
butil-naftalinszulfonát; és komplex zsírszulfonátok, pél-
dául az olajsav és N-metil-aurin amidkondenzációs ter-
mékei és a dioktil-szukcinát nátriumszulfonátja.

A tenzidek végül lehetnek kationos vegyületek is,
például alkil-dimetil-benzil-ammónium-kloridok, dial-
kil-dimetil-ammónium-kloridok, alkil-trimetil-ammó-
nium-kloridok és etoxilezett kvaterner ammónium-klo-
ridok.

Diszpergálószerként (tenzidhatás nélkül) lényegé-
ben a következők jönnek számításba: lignin, ligninszul-
fonsavak nátrium- és ammóniumsói, a maleinsavanhid-
rid-diizobutilén-kopolimerek nátriumsói, a naftalin és
formaldehid szulfonált polikondenzációs termékeinek
nátrium- és ammóniumsói és a szulfitolgók.

Olyan diszpergálószerként, melyek főként tömé-
nyítő-, illetve leülepedést gátló anyagokként alkalmaz-
hatók, például a metil-cellulóz, karboxi-metil-cellulóz,
hidroxietil-cellulóz, poli(vinil-alkohol), alginátok, ka-
zeinátok és a véralbumin jönnek számításba.

Megfelelő stabilizátorok a savmegkötő szerek, pél-
dául az epiklórhidrin, fenil-glicidil-éter és a szójaepoxi-
dok; antioxidáns például a galluszsav-észter és a butil-
hidroxietil-toluol; UV-abszorbensek, például a szubsztit-
uált benzofenonok, a difenil-akril-nitrilsav-észterek
és a fahéjsav-észterek; és deaktivátorok, például az eti-
lén-diamin-tetraecetsav sói és a poliglikolok.

A találmány szerinti gyomirtó szerek ezenkívül
összekeverhetők más ismert hatóanyagokkal, például
inszekticidekkel, akaricidekkel, fungicidekkel, növény-
növekedést szabályozó anyagokkal és tápanyagokkal
is. Az ilyen kombinációs szerek az aktivitás erősítésére,
illetve a hatásspektrum szélesítésére alkalmasak.

Mint említettük, a találmány szerinti gyomirtó sze-
rek általában 0,001–95 tömeg%, előnyösen 0,5–75 tö-
meg% egy vagy több találmány szerinti vegyületet tar-
talmazhatnak hatóanyag(ok)ként. Ezek a készítmények
olyan formájúak lehetnek, amelyek alkalmasak a táro-
lásra és szállításra. Az ilyen készítményekben, például
emulgeálható koncentrátumokban a hatóanyag koncent-
rációja normál módon nagyobb, előnyösen 1–50 tö-
meg%, főként 10–30 tömeg%. Ezeket a készítménye-
ket azután azonos vagy eltérő inert anyagokkal hígíthat-
juk olyan hatóanyag-koncentrációjúvá, mely alkalmas

a gyakorlati felhasználásra, tehát olyanná, mely 0,001–10 tömeg%, főként 0,005–5 tömeg% hatóanyagot tartalmaz. A hatóanyag-koncentráció azonban lehet kisebb és nagyobb is.

Mint ahogy az előzőekben említettük, a találmány szerinti gyomirtó szerek előállítását önmagában ismert módszer szerint végezhetjük.

Por alakú készítményeket úgy állítunk elő, hogy a hatóanyagot, azaz legalább egy találmány szerinti vegyületet összekeverünk, például összeőrölünk szilárd hordozóanyaggal; vagy a szilárd hordozóanyagot a hatóanyag oldatával vagy szuszpenziójával impregnáljuk és aztán az oldószert vagy diszpergálószer csökkentett nyomáson történő lepárlással, melegítéssel vagy leszívással eltávolítjuk. Tenzidek, illetve diszpergálószer hozzáadásával az ilyen szereket vízzel könnyen nedvesíthetővé tehetjük, így olyan vizes szuszpenziókká alakíthatjuk őket, melyek például permetezőszerekként használhatók.

A hatóanyagot tenziddel és szilárd hordozóanyaggal is összekeverhetjük, így nedvesíthető port nyerünk, mely vízben diszpergálható, vagy előgranulált szilárd hordozóanyaggal granulátum alakú készítménnyé keverhetjük össze.

Kívánt esetben a hatóanyagot vízzel nem elegyedő oldószerben, például magas forráspontú szénhidrogénben – mely oldószer célszerűen oldott emulgeátort tartalmaz – oldhatjuk úgy, hogy az oldat víz hozzáadásakor magától emulgeálódik. Más esetben úgy is eljárhatunk, hogy a hatóanyagot összekeverjük az emulgeátorral, és a keveréket aztán vízzel a kívánt koncentrációjúvá hígítjuk. Ezenkívül úgy is eljárhatunk, hogy a hatóanyagot oldószerben oldjuk, és ezután keverjük össze az emulgeátorral. Egy ilyen keveréket szintén vízzel hígíthatunk a kívánt koncentrációjúvá. Ily módon emulgeálható koncentrátumokat, illetve közvetlen felhasználásra alkalmas emulziókat nyerünk.

A találmány szerinti gyomirtó szerek felhasználása – mely szintén a találmány tárgya – a szokásos adagolási módszerekkel, például permetezéssel, porlasztással, porozással, öntözéssel vagy szórással történhet. A találmány szerinti eljárás gyomnövények irtására azal jellemezhető, hogy a gyomnövényekkel szemben védendő objektumot és/vagy a gyomnövényeket gyomirtó szerrel kezeljük.

A következő példák közelebbről mutatják be a találmányt.

I. Az (I) általános képletű hatóanyagok előállítása

1. példa

2,5 g 2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoésavat 2 ml benzol és 2,9 ml tionil-klorid elegyében 2 csepp dimetil-formamiddal együtt 3 órán át forralunk visszafolytatás közben. Ezután a reakcióelegyet szárazra pároljuk, és a maradékot 20 ml dioxánban oldjuk. Ezt az oldatot, mely nagyjából a fent említett benzoésav kloridjából és az oldószerből áll, 0,8 ml D,L-tejsav-metil-észter és 1,0 g piridin 10 ml dioxánnal készített oldatához csepegtetjük. Ezután a reakcióelegyet három órán

át keverjük szobahőmérsékleten, 400 ml vizet adunk hozzá, és kétszer 400–400 ml etil-acetáttal extraháljuk. Az egyesített szerves fázisokat kétszer 200–200 ml sósavval és egyszer 200 ml telített nátrium-klorid-oldattal mossuk, vízmentes nátrium-szulfát felett szárítjuk és bepároljuk. A maradékot szilikagélén kromatografálva tisztítjuk; eluálószerként etil-acetát/n-hexán (1:4 tömegarányú) elegyet használunk. Így a 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-propionsav-metil-észtert nyerjük, mely etil-acetát/n-hexán elegyből átkristályosítva 102–104 °C-on olvad.

2–10. példák

Az 1. példában leírt eljáráshoz hasonlóan nyerjük 2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoésavból kiindulva, savkloridján keresztül az alábbiakban felsorolt (Ia) általános képletű vegyületeket:

2. példa: $R^2 = \text{acetil-metil-csoport}$, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 2,17 (s, 3H), 3,42 (s, 3H), 5,07 (s, 2H), 6,60 (s, 1H), 7,92 (d, 1H), 8,15 (d, 1H) ppm;
 Tömegspektrum (m/e): 422 (18) M^+ .

3. példa: $R^2 = 1\text{-acetil-etil-csoport}$, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,48 (d, 3H), 2,22 (s, 3H), 3,43 (s, 3H), 5,36 (dq, 1H), 6,61 (d, 1H), 7,92 (d, 1H), 8,14 (d, 1H) ppm.

4. példa: $R^2 = \text{trimetil-szilil-metil-csoport}$, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,11 (s, 9H), 3,42 (s, 3H), 4,06 (s, 2H), 6,61 (s, 1H), 7,88 (d, 1H), 7,99 (d, 1H) ppm.

5. példa: $R^2 = 2\text{-(trimetil-szilil)-etil-csoport}$, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,05–0,07 (m, 9H), 1,08–1,14 (m, 2H), 3,43 (s, 3H), 4,37–4,43 (m, 2H), 6,61 (s, 1H), 7,88 (d, 1H), 8,05 (d, 1H) ppm.

6. példa: $R^2 = 2\text{-(metil-szulfonil)-etil-csoport}$, olvadáspont: 140–142 °C.

7. példa: $R^2 = 2\text{-fenoxi-etil-csoport}$, olvadáspont: 98–100 °C.

8. példa: $R^2 = 2\text{-ciklohexenilcsoport}$, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,56–2,12 (m, 6H), 3,42 (s, 3H), 5,40–5,46 (m, 1H), 5,76–5,84 (m, 1H), 6,00–6,07 (m, 1H), 6,61 (s, 1H), 7,88 (d, 1H), 8,02 (d, 1H) ppm.

9. példa: $R^2 = \text{ciano-metil-csoport}$, olvadáspont: 113–115 °C.

10. példa: $R^2 = [(1R,5S)\text{-}6,6\text{-dimetil-2-norpinen-2-il}]\text{-metil-csoport}$, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,80 (s, 3H), 1,13 (d, 1H), 1,26 (s, 3H), 2,06–2,12 (m, 1H), 2,16–2,25 (m, 2H), 2,26–2,36 (m, 1H), 2,37–2,44 (m, 1H), 3,35 (s, széles, 3H), 4,66–4,77 (m, 2H), 5,65–5,70 (m, 1H), 6,60 (s, 1H), 7,88 (d, 1H), 8,03 (d, 1H) ppm; $[\alpha]_D^{20} = -12,0^\circ$ (CHCl_3 , $c = 0,4\%$).

11–40. példák

Az 1. példában leírt eljáráshoz hasonlóan nyerjük 2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoésavból kiindulva, savkloridján ke-

resztül az alábbiakban felsorolt (Ib) általános képletű vegyületeket:

11. példa: $R^2=2$ -ciklohexenilcsoport, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,56–2,14 (m, 6H), 2,33 (s, 3H), 3,36 (s, 3H), 5,42 (m, 1H), 5,80 (m, 2H), 6,02 (m, 1H), 7,82 (d, 1H), 7,92 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 392 (15) M^+ .

12. példa: R^2 =propionil-metil-csoport, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,98 (t, 3H), 2,33 (s, 3H), 2,51 (d, 2H), 3,35 (s, 3H), 5,06 (8s, 2H), 5,80 (s, 1H), 7,87 (d, 1H), 8,03 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 382 (16) M^+ .

13. példa: R^2 =ciano-metil-csoport, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 2,33 (s, 3H), 3,35 (s, 3H), 5,24 (s, 2H), 5,81 (s, 1H), 7,91 (d, 1H), 8,09 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 351 (21) M^+ .

14. példa: R^2 =acetyl-metil-csoport, olaj,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 2,17 (s, 3H), 2,33 (s, 3H), 3,35 (s, 3H), 5,05 (s, 2H), 5,81 (s, 1H), 7,87 (d, 1H), 8,03 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 368 (36) M^+ .

15. példa: $R^2=2$ -norbornanil-metil-csoport (endo-és exoalak keveréke), olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,70–1,90 ppm (m, 8H), 2,06–2,28 (m, 3H), 2,33 (s, 3H), 3,35 (s, 3H), 4,00–4,37 (m, 2H), 5,80 (s, 1H), 7,83 (d, 1H), 7,92 (dd, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 420 (3,8) M^+ .

16. példa: $R^2=1$ -(metoxi-karbonil)-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 60 MHz): 1,60 (d, 3H), 3,26 (s, 3H), 3,49 (s, 3H), 3,81 (s, 3H), 5,36 (q, 1H), 5,77 (s, 1H), 7,39 (d, 1H), 8,00 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 398 (50) M^+ .

17. példa: $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-etil-csoport (R-izomer), olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,27 (t, 3H), 1,59 (d, 3H), 2,32 (s, 3H), 3,44 (s, 3H), 4,22 (q, 2H), 5,29 (q, 1H), 5,73 (s, 1H), 7,35 (d, 1H), 7,95 (dd, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 412 (47) M^+ ; $[\alpha]_D^{20}=-19,36^\circ$ (CHCl_3 , $c=1,07\%$).

18. példa: $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-etil-csoport (S-izomer), olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 60 MHz): 1,29 (t, 3H), 1,64 (d, 3H), 2,36 (s, 3H), 3,50 (s, 3H), 4,29 (q, 2H), 5,48 (q, 1H), 5,81 (s, 1H), 7,44 (d, 1H), 8,04 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 412 (39) M^+ ; $[\alpha]_D^{20}=21,88^\circ$ (CHCl_3 , $c=0,99\%$).

19. példa: $R^2=n$ -butoxi-karbonil-metil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 60 MHz): 0,9–1,68 ppm (m, 7H), 2,77 (s, 3H), 3,45 (s, 3H), 4,26 (t, 2H), 4,88 (s, 2H), 5,77 (s, 1H), 7,45 (d, 1H), 8,10 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 426 (18) M^+ .

20. példa: $R^2=1$ -[2-[(α -metil-etilidén)-imino-oxil]-etil]-oxi-karbonil]-etil-csoport (R-izomer), olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,59 (dd, 3H), 1,81 (s, 3H), 1,85 (s, 3H), 2,32 (s, 3H), 3,44 (s, 3H), 4,22 (t, 2H), 4,33–4,43 (m, 2H), 5,34 (q, 1H), 5,73 (t, 1H), 7,35 (d, 1H), 7,96 (dd, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 483 (10) M^+ ; $[\alpha]_D^{20}=-12,07^\circ$ (CHCl_3 , $c=1,07\%$).

21. példa: $R^2=1$ -(izobutil-oxi-karbonil)-etil-csoport (R-izomer), olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,92 (d, 6H), 1,60 (d, 3H), 1,95 (q, 1H), 2,32 (s, 3H), 3,43 (s, 3H), 5,32 (q, 1H), 5,73 (s, 1H), 7,36 (d, 1H), 7,96 (q, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 440 (12) M^+ ; $[\alpha]_D^{20}=-14,57^\circ$ (CHCl_3 , $c=1,07\%$).

22. példa: $R^2=1$ -(terc-butoxi-karbonil)-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,46 (s, 9H), 1,54 (d, 3H), 1,56 (s, 2H), 2,32 (s, 3H), 3,44 (d, 3H), 5,17 (q, 1H), 5,73 (s, 1H), 7,35 (d, 1H), 7,93 (q, 1H);

Tömegspektrum (m/e): 440 (5).

23. példa: $R^2=1$ -(propargil-oxi-karbonil)-etil-csoport (R-izomer), olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,62 (d, 3H), 2,32 (s, 3H), 2,49 (t, 1H), 3,45 (s, 3H), 4,76 (q, 2H), 5,35 (q, 1H), 5,74 (s, 1H), 7,35 (d, 1H), 7,96 (q, 1H);

Tömegspektrum (m/e): 422 (22) M^+ ; $[\alpha]_D^{20}=-16,05^\circ$ (CHCl_3 , $c=1,07\%$).

24. példa: $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,25 (t, 3H), 1,66 (d, 6H), 2,32 (s, 3H), 3,45 (s, 3H), 4,20 (q, 2H), 5,74 (s, 1H), 7,35 (d, 1H), 7,87 (q, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 426 (9) M^+ .

25. példa: R^2 =trimetil-szilil-metil-csoport, gyanta,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,13 (s, 9H), 2,33 (s, 3H), 3,45 (s, 3H), 4,01 (s, 2H), 5,74 (s, 1H), 7,33 (d, 1H), 7,82 (d, 1H).

26. példa: $R^2=2$ -(trimetil-szilil)-etil-csoport, gyanta,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,06 (s, 9H), 1,08–1,15 (m, 2H), 2,31 (s, 3H), 3,44 (s, 3H), 4,35–4,41 (m, 2H), 5,73 (s, 1H), 7,33 (d, 1H), 7,87 (d, 1H).

27. példa: R^2 =dietil-foszfono-metil-csoport, gyanta,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,34 (t, 6H), 2,33 (s, 3H), 3,44 (s, 3H), 4,19 (m, 4H), 4,59 (d, 2H), 5,73 (s, 1H), 7,37 (d, 1H), 7,93 (d, 1H) ppm.

28. példa: $R^2=2$ -(dietil-foszfono)-etil-csoport, gyanta,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,32 (t, 6H), 2,23–2,33 (m, 2H), 2,33 (s, 3H), 3,44 (s, 3H), 4,06–4,18 (m, 4H), 4,50–4,58 (m, 2H), 5,73 (s, 1H), 7,36 (d, 1H), 7,91 (d, 1H) ppm.

29. példa: $R^2=5$ -norbornen-2-il-csoport (az endo/exo forma elegye), olvadáspont: 153–154 °C, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 0,92 (d, 6H), 1,60 (d, 3H), 1,95 (q, 1H), 2,32 (s, 3H), 3,43 (s, 3H), 5,32 (q, 1H), 5,73 (s, 1H), 7,36 (d, 1H), 7,96 (q, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 440 (12) M^+ ; $[\alpha]_D^{20}=-14,57^\circ$ (CHCl_3 , $c=1,07\%$).

30. példa: $R^2=2$ -ciano-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 2,36 (s, 3H), 3,05 (t, 2H), 3,36 (s, 3H), 4,49 (t, 2H), 5,83 (s, 1H), 7,88 (d, 1H), 7,98 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 365 (18) M^+ .

31. példa: $R^2=2$ -(metil-szulfonil)-etil-csoport, olvadáspont: 150–152 °C.

32. példa: $R^2=2$ -norbornanilcsoport, (exoalak), olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,04–1,27 (m, 3H), 1,36–1,66 (m, 5H), 1,73–1,88 (m, 1H), 2,32 (s, 3H), 2,40–2,48 (m, 1H), 3,45 (s, 3H), 4,78–4,87 (m, 1H), 5,74 (s, 1H), 7,33 ppm (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 406 (8,5) M^+ .

33. példa: $R^2=2$ -fenoxi-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 2,31 (s, 3H), 3,43 (s, 3H), 4,24–4,32 (m, 2H), 4,60–4,68 (m, 2H), 5,73 (s, 1H), 6,88–7,00 (m, 3H), 7,23–7,40 (m, 3H), 7,87 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 432 (5,6) M^+ .

34. példa: $R^2=2$ -(allil-oxi)-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 2,36 (s, 3H), 3,36 (s, 3H), 3,67–3,75 (m, 2H), 3,96–4,03 (m, 2H), 4,38–4,47 (m, 2H), 5,08–5,31 (m, 2H), 5,76–5,97 (m, 2H), 7,85 (d, 1H), 7,94 (d, 1H) ppm;
IR-spektrum (CHCl_3): 1715 cm^{-1} ($\sqrt{C=O}$), 1670 cm^{-1} ($\sqrt{C=O}$).

35. példa: $R^2=2$ -(metoxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,68 (6H), 2,33 (s, 3H), 3,45 (s, 3H), 3,76 (s, 3H), 5,75 (s, 1H), 7,36 (d, 1H), 7,88 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 412 (10) M^+ ;

36. példa: $R^2=2$ -(terc-butoxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,45 (s, 9H), 1,64 (s, 6H), 2,33 (s, 3H), 3,45 (s, 3H), 5,54 (s, 1H), 7,65 (d, 1H), 7,80 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 454 (2) M^+ .

37. példa: $R^2=1$ -ciano-etil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,69 (d, 3H), 2,33 (s, 3H), 3,36 (s, 3H), 5,75 (q, 1H), 5,82 (s, 1H), 7,92 (d, 1H), 8,92 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 365 (28) M^+ .

38. példa: $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-1-metil-propil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 0,98 (t, 3H), 1,26 (t, 3H), 1,68 (d, 3H), 1,64–2,36 (m, 2H), 2,33 (d, 3H), 3,46 (s, 3H), 4,08–4,26 (m, 2H), 5,75 (d, 1H), 7,35 (d, 1H), 7,84 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 440 (4) M^+ .

39. példa: R^2 =metoxi-karbonil-metil-csoport, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 2,33 (s, 3H), 3,45 (s, 2H), 3,79 (s, 3H), 4,84 (d, 2H), 5,74 (s, 1H), 7,38 (d, 1H), 8,00 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 384 (30) M^+ .

40. példa: $R^2=1$ -(izopropoxi-karbonil)-etil-csoport, (R)-izomer, olaj,

$^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 400 MHz): 1,23–1,27 (m, 6H), 1,56–1,61 (m, 3H), 2,32 (s, 3H), 3,45 (d, 3H), 5,03–5,10 (m, 1H), 5,24 (q, 1H), 5,73 (s, 1H), 7,35 (d, 1H), 7,94 (q, 1H) ppm;

$[\alpha]_D^{20} = -19,06^\circ$ (CHCl_3 , $c=0,61\%$).

41–58. példák

Az 1. példában leírt eljárásához hasonlóan nyerjük 2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-

1(2H)-pirimidinil]-benzoesavból kiindulva, savkloridján keresztül az alábbiakban felsorolt (Ic) általános képletű vegyületeket:

41. példa: $R^2=2$ -(allil-oxi)-etil-csoport, olaj,

5 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 3,41 (s, 3H), 3,64–3,76 (m, 2H), 3,96–4,03 (m, 2H), 4,40–4,48 (m, 2H), 5,09–5,32 (m, 2H), 5,77–5,97 (m, 1H), 6,56 (s, 1H), 7,54 (dd, 1H), 7,75 (d, 1H), 7,80 (d, 1H) ppm;

10 IR-spektrum (CHCl_3): 1730 ($\sqrt{C=O}$), 1690 ($\sqrt{C=O}$).

42. példa: $R^2=2$ -norbornanilcsoport (exoforma), olvadáspont: 126–127 $^\circ\text{C}$.

43. példa: $R^2=2$ -(metoxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olvadáspont: 156–157 $^\circ\text{C}$.

44. példa: $R^2=1$ -(izopropoxi-karbonil)-etil-csoport (S-izomer),

15 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,20 (d, 3H), 1,23 (d, 3H), 1,52 (d, 3H), 3,40 (s, 3H), 4,96 (szeptett, 1H), 5,22 (q, 1H), 6,57 (s, 1H), 7,57 (dd, 1H), 7,78 (d, 1H), 7,86 (d, 1H);

20 Tömegspektrum (m/e): 462 (10) M^+ ; $[\alpha]_D^{20} = +14,4^\circ$ (CHCl_3 , $c=0,6\%$).

45. példa: $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-1-metil-propil-csoport (racemát), olvadáspont: 135–137 $^\circ\text{C}$.

25 46. példa: $R^2=1$ -(terc-butoxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olvadáspont: 173–174 $^\circ\text{C}$.

47. példa: $R^2=1$ -(allil-oxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olvadáspont: 109–111 $^\circ\text{C}$.

48. példa: $R^2=1$ -(ciklopentil-oxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olvadáspont: 130–133 $^\circ\text{C}$.

30 49. példa: $R^2=1$ -karboxi-1-metil-etil-csoport, olvadáspont: 201–203 $^\circ\text{C}$.

50. példa: $R^2=2$ -(propargil-oxi)-etil-csoport, olaj,

35 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 3,40 (s, 3H), 3,44 (t, 1H), 3,72–3,80 (m, 2H), 4,19 (d, 2H), 4,41–4,48 (m, 2H), 6,55 (s, 1H), 7,53 (dd, 1H), 7,75 (d, 1H), 7,78 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 430 (3) M^+ .

51. példa: $R^2=1$ -metil-2-fenoxi-etil-csoport (racemát), olaj,

40 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,42 (d, 3H), 3,40 (s, 3H), 4,10–4,26 (m, 2H), 5,36–5,50 (m, 1H), 6,56 (s, 1H), 6,86–7,01 (m, 3H), 7,19–7,32 (m, 2H), 7,51 (dd, 1H), 7,69 (d, 1H), 7,74 (d, 1H) ppm;

45 Tömegspektrum (m/e): 482 (5) M^+ .

52. példa: $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-etil-csoport (S-izomer), olaj,

50 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,21 (t, 3H), 1,532 (d, 3H), 3,40 (s, 3H), 4,17 (q, 2H), 5,28 (q, 1H), 6,35 (s, 1H), 7,56 (q, 1H), 7,77 (d, 1H), 7,88 (d, 1H) ppm;

$[\alpha]_D^{20} = +12,4^\circ$ (CHCl_3 , $c=1,04\%$).

53. példa: $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-1-metil-etil-csoport, olaj,

55 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,19 (t, 3H), 1,62 (s, 6H), 3,40 (s, 1H), 4,16 (q, 2H), 6,55 (s, 1H), 7,54 (d, 1H), 7,76 (d, 1H), 7,80 (d, 1H) ppm;

Tömegspektrum (m/e): 462 (4) M^+ .

54. példa: $R^2=2$ -metil-propionil-metil-csoport, olvadáspont: 127–129 $^\circ\text{C}$.

55. példa: $R^2=1$ -acetyl-etyl-csoport,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,53 (d, 3H),
 2,25 (s, 3H), 3,56 (q, 3H), 5,33 (q, 1H), 6,38 (s, 1H),
 7,33 (q, 1H), 7,62 (d, 1H), 7,84 (d, 1H) ppm.

56. példa: $R^2=1$ -acetyl-1-metil-etyl-csoport, olva-
 dáspon: 195–198 °C.

57. példa: $R^2=2$ -(etoxi-karbonil)-1-metil-etyl-cso-
 port,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 1,23 (t, 3H),
 1,42 (d, 3H), 2,60 (q, 1H), 2,80 (q, 1H), 3,55 (q, 3H),
 4,14 (q, 2H), 5,55 (m, 1H), 6,38 (s, 1H), 7,29 (q, 1H),
 7,59 (d, 1H), 7,71 (d, 1H) ppm.

58. példa: $R^2=1$ -ciano-1-metil-etyl-csoport, olva-
 dáspon: 182–184 °C.

59–62. példák

Az 1. példában leírt eljáráshoz hasonlóan a megfele-
 lő (IV) általános képletű vegyületből kiindulva savklo-
 ridján keresztül nyerjük az alábbiakban felsorolt (Id) ál-
 talános képletű vegyületeket:

59. példa: R^1 =metilcsoport, $R^2=2$ -(allil-oxi)-etyl-
 csoport, $R^4=F$, $R^5=H$, $R^6=C_2F_5$,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 3,56–3,60 (m,
 3H), 3,72–3,80 (m, 2H), 4,01–4,08 (m, 2H),
 4,44–4,52 (m, 2H), 5,15–5,24 (m, 1H), 5,24–5,36 (m,
 1H), 5,80–6,01 (m, 1H), 6,36 (s, 1H), 7,40 (d, 1H),
 7,93 (d, 1H); IR-spektrum (CHCl_3): 1735 cm^{-1}
 ($\nu\text{C=O}$), 1680 cm^{-1} ($\nu\text{C=O}$).

60. példa: $R^1=-\text{CHF}_2$, $R^2=2$ -(allil-oxi)-etyl-
 csoport, $R^4=F$, $R^5=H$, R^6 =metilcsoport,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 2,43 (s, 3H),
 3,66–3,74 (m, 2H), 3,97–4,03 (m, 2H), 4,40–4,47 (m,
 2H), 5,09–5,18, 5,18–5,31 (m, 1H), 5,78–5,97 (m,
 1H), 6,08 (s, 1H), 7,90 (d, 1H), 7,90 (t, 1H) ppm;
 IR-spektrum (CHCl_3): 1735 cm^{-1} ($\nu\text{C=O}$), 1695 cm^{-1}
 ($\nu\text{C=O}$).

61. példa: $R^1=-\text{CHF}_2$, $R^2=1$ -(etoxi-karbonil)-1-me-
 til-etyl-csoport, $R^4=H$, $R^5=H$, $R^6=C_2F_5$, olvadáspont:
 91–93 °C.

62. példa: R^1 =metilcsoport, $R^2=2$ -(allil-oxi)-etyl-
 csoport, $R^4=F$, $R^5=F$, $R^6=\text{CF}_3$,
 $^1\text{H-NMR}$ (d_6 -DMSO, 200 MHz): 3,40–3,44 (m,
 3H), 3,67–3,74 (m, 2H), 3,96–4,03 (m, 2H),
 4,41–4,48 (m, 2H), 5,10–5,18 (m, 1H), 5,18–5,32 (m,
 1H), 5,78–7,98 (m, 1H), 7,95 (d, 1H), 8,06 (d, 1H)
 ppm;
 IR-spektrum (CHCl_3): 1760 cm^{-1} ($\nu\text{C=O}$), 1690 cm^{-1}
 (C=O).

63. példa

Az 1. példában leírt eljáráshoz hasonlóan nyerjük 2-
 klór-4-fluor-5-[2-metoxi-5-oxo-4-(trifluor-metil)-
 1(6H)-pirimidinil]-benzoesavból – savkloridján keresz-
 tül – és allil-oxi-etanolból a 2-klór-4-fluor-5-[2-metoxi-
 6-oxo-4-(trifluor-metil)-1(6H)-pirimidinil]-benzoesav-
 (2-/allil-oxi/-etyl)-észtert. A termék 74–77 °C-on olvad.

64. példa

1,5 g 2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-
 1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoesav-(1-/metoxi-kar-

bonil/-1-metil-etyl)-észtert és 0,4 g réz(I)-cianidot
 20 ml 1,3-dimetil-3,4,5,6-tetrahidro-2(1H)-pirimidinon-
 ban, nitrogénatmoszférában 6 órán át melegítünk
 220 °C-on. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre törté-
 nő hűtés után szűrjük, és a szüredéket 200 ml etil-acetát-
 ban oldjuk. Az oldatot négyszer 50-50 ml vízzel mos-
 suk, az egyesített szerves fázisokat szárítjuk és csökkent-
 tett nyomáson bepároljuk. Így a 2-ciano-5-[3,6-dihidro-
 3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-ben-
 zoesav-(1-/metoxi-karbonil/-1-metil-etyl)-észtert nyer-
 jük. Tömegspektrum (m/e): 403 (10) M^+ .

65. példa

A 64. példában leírt eljáráshoz hasonlóan 2-klór-5-
 [3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-
 fluor-benzoesav-(1-ciano-etyl)-észterből és réz(I)-
 cianidból kiindulva nyerjük a 2-ciano-5-[3,6-dihidro-
 3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoe-
 sav-(1-ciano-etyl)-észtert. Tömegspektrum (m/e):
 356 (17) M^+ .

66. példa

4,9 g nátrium-hidridet (50 tömeg%-os diszperzió, fe-
 hérolajban) adunk keverés közben 120 ml dimetil-
 formamidhoz, és a keveréket –5 °C-ra hűtjük le. –5 °C-
 on 22,4 g 3-amino-4,4,4-trifluor-krotonsav-etyl-észter
 180 ml dietil-éterrel készített oldatát csepegtetjük hozzá
 30 perc alatt. A reakcióelegyet egy órán keresztül kever-
 jük tovább szobahőmérsékleten, majd –65 °C-ra hűtjük
 le. Ezután 28 g 2-(2-klór-5-izocianáto-benzoil-oxi)-2-
 metil-propionsav-etyl-észter 100 ml dimetil-forma-
 middal készített oldatát csepegtetjük hozzá 30 perc alatt.
 A reakcióelegyet 2 órán át keverjük –65 °C-on, majd
 hagyjuk szoba-hőmérsékletűre melegedni. Ezután 0 °C-
 on 300 ml 1 n sósavhoz adjuk. Kétszer 300-300 ml etil-
 acetáttal extrahálunk. A szerves fázisokat egyszer
 200 ml telített nátrium-klorid-oldattal utánamossuk, víz-
 mentes nátrium-szulfát felett szárítjuk és csökkentett
 nyomáson bepároljuk. A maradékot etil-acetát/n-hexán
 elegyből átkristályosítjuk. Így a 2-{2-klór-5-[3,6-di-
 hidro-2,6-dioxo-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-
 benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etyl-észtert nyerjük,
 mely 176–177 °C-on olvad.

67. példa

A 66. példában leírt eljáráshoz hasonlóan 3-amino-
 4,4,5,5,5-pentafluor-pent-2-énsav-etyl-észterből és 2-
 (2-klór-izocianáto-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-
 etil-észterből kiindulva nyerjük a 2-{2-klór-5-[3,6-di-
 hidro-2,6-dioxo-4-(pentafluor-etyl)-(2H)-pirimidi-
 nil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etyl-észtert, mely
 141–143 °C-on olvad.

68. példa

2,5 g 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-4-(penta-
 fluor-etyl)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-prop-
 ionsav-etyl-észtert és 0,7 g kálium-karbonátot 25 ml
 víz és 15 ml dioxán elegyből oldunk. Ezután 0,65 g
 dimetil-szulfátot öntünk hozzá, és a reakcióelegyet
 38 órán át keverjük szobahőmérsékleten. Ezután

100 ml vizet adunk a reakcióelegyhez, és kétszer 200-200 ml etil-acetáttal extraháljuk. A szerves fázisokat egyszer mossuk 150 ml telített nátrium-klorid-oldattal, majd vízmentes nátrium-szulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradékot szilikagélén kromatografálva tisztítjuk, eluálószerként etil-acetát/n-hexán (1:4 tömegrésznvi) elegyét használunk. Így a 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(pentafluor-etil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert nyerjük, mely dietil-éter/n-hexán elegyből történő átkristályosítás után 114–115 °C-on olvad.

69. példa

A 68. példában leírt eljáráshoz hasonlóan 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észterből és dietil-szulfátból kiindulva nyerjük a 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-etil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert olajos anyag alakjában.

¹H-NMR (d₆-DMSO, 200 MHz): 1,20 ppm (t, 3H), 1,24 ppm (t, 3H), 1,62 ppm (s, 6H), 3,87 ppm (q, 2H), 4,16 ppm (q, 2H), 6,55 ppm (s, 1H), 7,57 ppm (dd, 1H), 7,75 ppm (d, 1H), 7,82 ppm (d, 1H).

70. példa

0,35 g nátrium-hidridet (50 tömeg%-os diszperzió, fehérólajban) adunk keverés közben 40 ml dimetil-formamidhoz. Ezután a reakcióelegyhez szilárd anyag alakjában részletenként összesen 2,9 g 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert adunk. A hozzáadás befejezése után a reakcióelegyet még egy órán át keverjük szobahőmérsékleten. Ezután 1,2 g allil-bromidot adunk hozzá egy részletben, majd 18 órán át keverjük szobahőmérsékleten, ezt követően pedig 0 °C-on 100 ml vízhez adjuk. Ezt kétszer 150-150 ml etil-acetáttal extraháljuk. A szerves fázisokat egyszer mossuk 100 ml telített nátrium-klorid-oldattal, vízmentes nátrium-szulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradékot szilikagélén kromatografálva tisztítjuk, eluálószerként etil-acetát/n-hexán (1:4 tömegrésznvi) elegyet használunk. Így a 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-(2-propenil)-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert nyerjük olajos anyag alakjában.

¹H-NMR (d₆-DMSO, 200 MHz): 1,19 ppm (t, 3H), 1,62 ppm (s, 6H), 4,15 ppm (q, 2H), 4,42–4,53 ppm (m, 2H), 5,14–5,34 ppm (m, 2H), 5,78–6,00 ppm (m, 1H), 6,60 ppm (s, 1H), 7,58 ppm (dd, 1H), 7,75 ppm (d, 1H), 7,83 ppm (d, 1H).

71. példa

A 70. példában leírt eljáráshoz hasonlóan 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észterből és propargil-bromidból kiindulva nyerjük a 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-(3-propinil)-4-(trifluor-metil)-

1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert olajos anyag alakjában.

¹H-NMR (d₆-DMSO, 200 MHz): 1,19 ppm (t, 3H), 1,62 ppm (s, 6H), 3,43 ppm (t, 1H), 4,16 ppm (q, 2H), 4,63 ppm (d, 2H), 6,64 ppm (s, 1H), 7,60 ppm (dd, 1H), 7,76 ppm (d, 1H), 7,85 ppm (d, 1H).

72. példa

9 g 2-[2-klór-4-fluor-5-(3-oxo-pentanoil-amino)-benzoil-oxi]-2-metil-propionsav-etil-észtert, 2,7 g uretánt és 0,9 g p-toluolszulfonsavat 150 ml benzolban melegítünk. Az öt órán át tartó reakció során a keletkezett vizet folyamatosan eltávolítjuk. Az oldószert ezután csökkentett nyomáson lepároljuk. Így a nyers 2-{2-klór-4-fluor-5-[3-(etoxi-karbonil-amino)-pent-2-enoil-amino]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert nyerjük.

0,6 g nátriumot 50 ml alfa-hidroxi-izovajsav-etil-észterben teljesen feloldunk. Ezt az oldatot egyesítjük a nyers 2-{2-klór-4-fluor-5-[3-(etoxi-karbonil-amino)-pent-3-enoil-amino]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észterrel, és 4 órán át keverjük 120 °C-on. A reakcióelegyet lehűtés után 0 °C-on 100 ml 1 n sósavhoz adjuk. Ezután kétszer extraháljuk 150-150 ml etil-acetáttal, kétszer 200-200 ml vízzel utánamossuk, vízmentes magnézium-szulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradékot szilikagélén kromatografálva tisztítjuk, eluálószerként etil-acetát/n-hexán (3:2 tömegrésznvi) elegyet használunk. Így a 2-{2-klór-4-fluor-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-4-etil-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert nyerjük, mely dietil-éter/n-hexán elegyből történő átkristályosítás után 166–167 °C-on olvad.

73. példa

1,2 g 2-{2-klór-4-fluor-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-4-etil-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert, 0,4 g dimetil-szulfátot és 0,7 g kálium-hidrogén-karbonátot 30 ml acetonban 3 órán át forralunk visszafolyatás közben. A reakcióelegyhez ezután 200 ml vizet adunk, és kétszer 150-150 ml etil-acetáttal extraháljuk. A szerves fázisokat egyszer mossuk, 100 ml telített nátrium-klorid-oldattal, majd vízmentes nátrium-szulfát felett szárítjuk, és csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradékot szilikagélén kromatografálva tisztítjuk, eluálószerként etil-acetát/n-hexán (3:2 tömegrésznvi) elegyet használunk. Így a 2-{2-klór-4-fluor-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-etil-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert nyerjük olajos anyag alakjában.

¹H-NMR (d₆-DMSO): 1,19 ppm (t, 6H), 1,61 ppm (s, 6H), 2,66 ppm (q, 2H), 3,37 ppm (s, 3H), 4,15 ppm (q, 2H), 5,72 ppm (s, 1H), 7,86 ppm (d, 1H), 7,99 ppm (d, 1H).

II. A (XII), (XV) és (XVIII) általános képletű kiindulási anyagok előállítása

74. példa

10 g 2-klór-4-fluor-5-nitro-benzoesavat, 5 ml tionil-kloridot és 2 csepp N,N-dimetil-formamidot 4 órán át

forralunk visszafolyatás közben. Ezután a reakcióelegyet szárazra pároljuk és a maradékot 20 ml dioxánban oldjuk. Az oldatot, mely nagyjából a fent említett benzoészav kloridjából és az oldószerből áll, 9,1 g alfa-hidroxi-izovajsav-etil-észter, 7 ml trietil-amin és 100 mg 4-(dimetil-amino)-piridin 35 ml dioxánnal készített oldatához csepegtetjük. Ezután a reakcióelegyet 24 órán át forraljuk visszafolyatás közben, majd hagyjuk lehűlni, és 200 ml 2 n sósavat adunk hozzá. Háromszor extrahálunk 250-250 ml etil-acetáttal. A szerves fázisokat egyszer 200 ml 2 n sósavval, 200 ml vízzel, 200 ml 2 n kálium-hidrogén-karbonát-oldattal és kétszer 200-200 ml telített nátrium-klorid-oldattal mossuk, vízmentes magnézium-szulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. Így a 2-(2-klór-4-fluor-5-nitro-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észter nyerjük, mely diizopropil-éter/n-hexán elegyből történő átkristályosítás után 55–57 °C-on olvad.

10 g finoman porított vasat, 50 ml etanolt, 11 ml vizet és 1 ml tömény sósavat keverés közben 65 °C-ra melegítünk. Ehhez a keverékhez 15 g 2-(2-klór-4-fluor-5-nitro-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észter 15 ml etanollal készített oldatát csepegtetjük 2 óra alatt úgy, hogy a hőmérséklet ne emelkedjék 80 °C fölé. A hozzáadás befejezése után a reakcióelegyet további 16 órán át keverjük 70 °C-on. Lehűtés után Celit[®]-en keresztül szűrjük. A Celit[®]-et vízzel és etil-acetáttal jól utána mossuk. A szűrlet pH-ját 2 n kálium-hidrogén-karbonát-oldat hozzáadásával 8 értékre állítjuk. Ezután ismét Celit[®]-en keresztül szűrjük és ismét vízzel és etil-acetáttal jól utána mossuk. A szűrletet háromszor 400-400 ml etil-acetáttal extraháljuk. A szerves fázisokat kétszer 300-300 ml telített nátrium-klorid-oldattal mossuk, vízmentes magnézium-szulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. Így a 2-(5-amino-2-klór-4-fluor-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észter nyerjük, mely 9330 Pa nyomáson 146–151 °C-on forr.

75. példa

A 74. példában leírt eljáráshoz hasonlóan nyerjük 2-klór-5-nitro-benzoészavból – savkloridján keresztül – és alfa-hidroxi-izovajsav-etil-észterből kiindulva a 2-(2-klór-5-nitro-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észter, mely 64–66 °C-on olvad. Ezt azután 2-(5-amino-2-klór-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észterre redukáljuk, mely 13,332 Pa nyomáson 200–230 °C-on forr.

¹H-NMR (CDCl₃, 200 MHz): 1,28 ppm (t, 3H), 1,69 ppm (s, 6H), 3,79 ppm (s, 2H), 4,23 ppm (q, 2H), 6,72 ppm (dd, 1H), 7,10 ppm (d, 1H), 7,19 ppm (d, 1H).

76. példa

40 g difoszfén 150 ml etil-acetáttal készített oldatát keverés közben 65 °C-ra melegítjük. Ehhez az oldathoz 4 g 2-(5-amino-2-klór-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észter 70 ml etil-acetáttal készített oldatát csepegtetjük. A hozzáadás befejezése után a reakcióelegyet 3 órán át forraljuk visszafolyatás közben, majd az oldószer ledesztilláljuk. A maradékot golyós feltét alkalmazása mellett 13,332 Pa nyomáson 200–230 °C-on

desztilláljuk. Így a 2-(2-klór-5-izocianáto-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észter nyerjük.

¹H-NMR (CDCl₃, 200 MHz): 1,29 ppm (t, 3H), 1,71 ppm (s, 6H), 4,25 ppm (q, 2H), 7,14 ppm (dd, 1H), 7,40 ppm (d, 1H), 7,52 ppm (d, 1H).

77. példa

5,7 g 2,2-dimetil-1,3-dioxán-4,6-diont („Meldrum sav”) és 6,3 ml piridint teszünk 25 ml metilén-kloridba, és az elegyet keverés közben 0 °C-ra hűtjük le. 0 °C-on 3,8 ml propionsav-kloridot csepegtetünk hozzá 30 perc alatt. A reakcióelegyet ezután egy órán át keverjük szobahőmérsékleten, majd 0 °C-on 100 ml 1 n sósavhoz adjuk. Ezt követően gyorsan kétszer 250-250 ml dietil-éterrel extraháljuk. A szerves fázisokat kétszer 150-150 ml telített nátrium-klorid-oldattal mossuk, vízmentes magnézium-szulfát felett szárítjuk és bepároljuk. A maradékot 50 ml toluolban felvesszük. A toluolos oldatot 12 g 2-(5-amino-2-klór-4-fluor-benzoil-oxi)-2-metil-propionsav-etil-észterhez öntjük, és az egészet 4 órán át forraljuk visszafolyatás közben, majd 16 órán át keverjük, ezalatt a reakcióelegy lehűl. Ezután 150 ml 1 n sósavhoz adjuk. Háromszor 250-250 ml dietil-éterrel extraháljuk. A szerves fázisokat kétszer 150-150 ml telített nátrium-klorid-oldattal mossuk, vízmentes magnézium-szulfát felett szárítjuk és csökkentett nyomáson bepároljuk. A maradékot kromatográfiával tisztítjuk, eluálószerként etil-acetát/n-hexán (1:1 tömegrésznvi) elegyet használunk. Így a 2-[2-klór-4-fluor-5-(3-oxo-pentanoil-amino)-benzoil-oxi]-2-metil-propionsav-etil-észter nyerjük olajos anyag alakjában.

¹H-NMR (CDCl₃, 200 MHz): 1,14 ppm (t, 3H), 1,27 ppm (t, 3H), 1,70 ppm (s, 6H), 2,63 ppm (q, 2H), 3,63 ppm (s, 2H), 4,23 ppm (q, 2H), 7,24 ppm (d, 1H), 8,82 ppm (d, 1H), 9,70 ppm (s, 1H).

III. Formálási példák

78. példa

Egy emulgeálható koncentrátum a következő alkotórészeket tartalmazza:

Találmány szerinti vegyület (hatóanyag)	50 g/l
N-metil-pirrolidon (oldódást elősegítő anyag)	200 g/l
Nonil-fenol-(10)etoxilát	
(nemionos emulgeátor)	50 g/l
Kalcium-dodecil-benzolszulfonát	
(anionos emulgeátor)	25 g/l
Alkil-benzolok elegye (oldószer)	1000 ml-re
történő feltöltéshez	

A hatóanyagot és az emulgeátorokat az oldódást elősegítő anyagban feloldjuk, és az oldatot az oldószerrel 1 l-re egészítjük ki.

A keletkezett koncentrátum vízzel emulgeálható, és így közvetlen felhasználásra alkalmas, kívánt koncentrációjú permetlevelet kapunk.

79. példa

Egy 25 tömeg%-os permetpor előállításához a következőkben felsorolt alkotórészeket kell egymással összekeverni:

Találmány szerinti vegyület (hatóanyag)	25 g
Kovasav, hidratált (hordozóanyag,	
őrlési segédanyag)	5 g
Nátrium-lauril-szulfát (nedvesítőszer)	1 g
Nátrium-ligninszulfonát (diszpergátor)	2 g
Kaolin (hordozóanyag)	67 g
	100 g

Az alkotórészek összekeverése után a keveréket egy malomban vagy hasonló őrleberendezésben finomra őröljük.

A kapott permetport vízzel összekeverve egy finom szuszpenziót nyerünk, mely közvetlen felhasználásra alkalmas permetlé.

1. Biológiai példák

B1 példa

Herbicid hatás a növények kikelése előtt (preemergens hatás)

Egyszikű és kétszikű teszt növényeket műanyag edényekben standard földbe vetünk. Közvetlenül a vetés után a vizsgált anyagokat vizes szuszpenzióként (előállítva 25%-os permetporból) vagy emulzióként (előállítva 10%-os emulziós koncentrátumból) 125 g aktív anyag/ha adagolásban kipermetezzük (500 l víz/ha).

Vizes szuszpenzió

Összetétel	Tömeg%
47. számú hatóanyag	25%
Na-lauril-szulfát	3%
Na-diizobutilát-naftalinszulfonát	6%
Oktil-fenol-poliglikol-éter 7–8 mol etilén-oxid	1%
Nagy diszperzitásfokú kovasav	3%
Kaolin	62%

Emulziós koncentrátum

Összetétel	Tömeg%
47. számú hatóanyag	10%
Ca-dodecil-benzolszulfonát	8%
Oktil-fenol-poliglikol-éter 7–8 mol etilén-oxid	4%
Aromás szénhidrogén elegy C ₉ –C ₁₂	78%

2. Ezt követően a vizsgált növényeket növényházban optimális körülmények között neveljük. Mintegy 3 hetes vizsgálati időtartam után az eredményeket kilenclépcsős értékskálával értékeljük (1=teljes károsodás, 9=nincs hatás). Az 1–4 (különösen 1–3) értékelési jegyek jó-igen jó herbicid hatást jelentenek. Jó herbicid hatásra a 47. jelű vegyület ad példát, lásd a B1 táblázatot.

B1 táblázat

Az (I) általános képletű vegyületek kikelés előtti hatása

Fitotoxikus hatás	Vizsgált növények
4	Alopecurus
4	Loium
1	Setaria
1	Panicum
7	Sorghbic
1	Digitaria
1	Echinochloa
1	Brachiaria
1	Sida
1	Abutilon
2	Ipomoea
1	Amaranthus
1	Chenopodium
1	Polygonum
2	Kochia
1	Sinapis
1	Stellaria
3	Galium
1	Veronica

B2 példa

Herbicid hatás kikelés után

Egyszikű és kétszikű teszt növényeket műanyag edényben standard földben nevelünk és 2–5 leveles stádiumban (I) általános képletű vegyület vizes szuszpenziójával, amit 25%-os permetezőporból állítottunk elő, vagy emulzióként (előállítva 10%-os emulziós koncentrátumból), 125 g aktív anyag/ha adagolásban kezelünk (500 l/ha). Ezt követően a vizsgált növényeket növényházban optimális körülmények között tovább neveljük. Mintegy 14 napos vizsgálati időtartam után a kísérletet kiértékeljük, kilenclépcsős értékskálával (1=teljes károsodás, 9=nincs hatás), az 1–4 (különösen 1–3) értékelési jegyek jó-igen jó herbicid hatást jelentenek. Ebben az kísérletben az (I) általános képletű vegyületek erős herbicid hatást mutatnak. A jó herbicid hatásra a 47. számú vegyületre vonatkozó eredményeket közöljük a B2 táblázatban.

Táblázat

Fitotoxikus hatás	Vizsgált növények
3	Alopecurus
4	Avena
4	Bromus
4	Loium

Táblázat (folytatás)

Fitotoxikus hatás	Vizsgált növények
4	Setaria
1	Panicum
4	Sorghbic
4	Digitaria
1	Echinochloa
2	Rottboellia
4	Cyperus
1	Euphorbia
1	Sida
1	Abutilon
1	Xanthium
1	Ipomoea
1	Amaranthus
1	Chenopodium
1	Polygonum
1	Kochia
1	Sinapis
1	Stellaria
4	Galium
1	Veronica

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. (I) általános képletű 3-aryl-uracil-származékok – mely képletben

R¹ hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport;

R² (1–4 szénatomos alkil)-szulfonil-(1–4 szénatomos alkil)-, di(1–4 szénatomos alkil)-foszfono-(1–4 szénatomos alkil)-, tri(1–4 szénatomos alkil)-szilil-(1–4 szénatomos alkil)-, (2–7 szénatomos alkanol)-(1–4 szénatomos alkil)-, karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, {[3–9 szénatomos-(α -alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–4 szénatomos alkoxi)-karbonil}-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–8 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 3–6 szénatomos alkenil-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 5–8 szénatomos cikloalkenil-, 6–8 szénatomos bicikloalkil-, 6–8 szénatomos bicikloalkenil-, 2–7 szénatomos ciano-alkil- vagy (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R³ halogénatom vagy cianocsoport;

R⁴ hidrogénatom vagy halogénatom;

R⁵ hidrogénatom vagy fluoratom és

R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport –

5 és az olyan (I) általános képletű vegyületek megfelelő enol-éterei, amelyek képletében R¹ hidrogénatomtól eltérő jelentésű, továbbá az R¹ csoportként hidrogénatomot tartalmazó (I) általános képletű vegyületek sói.

2. Az 1. igénypont szerinti (I) általános képletű vegyületek, melyekben

10 R² karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoporttól eltérő jelentésű;

R⁵ hidrogénatom vagy fluoratom, és

15 R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport;

valamint e vegyületek enol-éterei és sói.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti (I) általános képletű vegyületek, melyekben

R¹ metilcsoport;

20 R³ klór- vagy brómatom;

R⁴ hidrogén- vagy fluoratom;

R⁵ hidrogén- vagy fluoratom, és

R⁶ metil-, trifluor-metil- vagy pentafluor-etil-csoport.

4. Az 1. igénypont szerinti (I) általános képletű vegyületek, melyekben R³ cianocsoport.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti (I) általános képletű vegyületek, melyekben

30 R² (2–7 szénatomos alkanol)-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–4 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, {[3–9 szénatomos-(alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil}-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil-oxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)- vagy (3–6 szénatomos alkinil-oxi-karbonil)-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

35 6. 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észter.

7. Az 1. igénypont szerinti (I) általános képletű vegyületek közül az alábbiak:

40 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-metil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-terc-butyl-észter,

45 2-etil-2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoil-oxi}-propionsav-etil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-metil-észter,

50 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-propionsav-izopropil-észter,

55 2-etil-2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-propionsav-etil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoil-oxi}-2-metil-propionsav-terc-butyl-észter,

60

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-allil-észter,
 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propion-sav-ciklopentil-észter,
 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-propionsav-etil-észter,
 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észter,
 2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoesav-(1-acetil-etil)-észter és
 3-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-butánsav-etil-észter.

8. Gyomirtószer-készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 0,001–95 tömeg% mennyiségben legalább egy (I) általános képletű 3-aril-uracil-származékot – mely képletben

R¹ hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport;

R² (1–4 szénatomos alkil)-szulfonil-(1–4 szénatomos alkil)-, di(1–4 szénatomos alkil)-foszfono-(1–4 szénatomos alkil)-, tri(1–4 szénatomos alkil)-szilil-(1–4 szénatomos alkil)-, (2–7 szénatomos alkanolil)-(1–4 szénatomos alkil)-, karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, {[3–9 szénatomos (α-alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–4 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–8 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 3–6 szénatomos alkenil-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 5–8 szénatomos cikloalkenil-, 6–8 szénatomos bicikloalkil-, 6–8 szénatomos bicikloalkenil-, 2–7 szénatomos ciano-alkil- vagy (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R³ halogénatom vagy cianocsoport;

R⁴ hidrogénatom vagy halogénatom;

R⁵ hidrogénatom vagy fluoratom és

R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport –

vagy az olyan (I) általános képletű vegyületek megfelelő enol-étereit, melyek képletében R¹ hidrogénatomtól eltérő jelentésű, vagy az R¹ csoportként hidrogénatomot tartalmazó (I) általános képletű vegyületek sóit tartalmazza formálási segédanyagokkal együtt.

9. A 8. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként olyan (I) általános képletű vegyületet, melyekben

R² karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoporttól eltérő jelentésű;

R⁵ hidrogénatom vagy fluoratom, és

R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport –

vagy az ilyen vegyületek enol-étereit vagy sóit tartalmazza.

10. A 9. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy formálási segédanyagok mellett hatóanyagként 2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észtert tartalmaz.

11. A 8. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy formálási segédanyagok mellett hatóanyagként az alábbi vegyületek közül legalább egyet tartalmaz:

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-metil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-terc-butil-észter,

2-etil-2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-dioxo-1(2H)-pirimidinil]-4-fluor-benzoi-oxi}-propionsav-etil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil]-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-metil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-propionsav-izopropil-észter,

2-etil-2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-propionsav-etil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-terc-butil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-allil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-ciklopentil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-propionsav-etil-észter,

2-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-2-metil-propionsav-etil-észter,

2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoesav-(1-acetil-etil)-észter és
 3-{2-klór-5-[3,6-dihidro-2,6-dioxo-3-metil-4-(trifluor-metil)-1(2H)-pirimidinil]-benzoi-oxi}-butánsav-etil-észter.

12. Eljárás (I) általános képletű 3-aril-uracil-származékok – mely képletben

R¹ hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport;

R² (1–6 szénatomos alkil)-szulfonil-(1–4 szénatomos alkil)-, di(1–6 szénatomos alkil)-foszfono-(1–4 szénatomos alkil)-, tri(1–6 szénatomos alkil)-szilil-(1–4 szénatomos alkil)-, (2–7 szénatomos alkanolil)-(1–4 szénatomos alkil)-, karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-, (1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil-(1–4 szén-

atomos alkil)-, {[3–9 szénatomos-(α -alkil-alkilidén)]-imino-oxi-(1–6 szénatomos alkoxi)-karbonil}-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, (3–8 szénatomos cikloalkil)-oxi-karbonil-(1–4 szénatomos alkil)-, fenoxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 3–6 szénatomos alkenil-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 3–8 szénatomos cikloalkenil-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-, 5–8 szénatomos cikloalkenil-, 6–8 szénatomos bicikloalkil-, 6–8 szénatomos bicikloalkenil-, 2–7 szénatomos ciano-alkil- vagy (3–6 szénatomos alkinil)-oxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoport;

R³ halogénatom vagy cianocsoport;

R⁴ hidrogénatom vagy halogénatom;

R⁵ hidrogénatom, fluoratom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, és

R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport, vagy

R⁵ és R⁶ együtt egy tri- vagy tetrametilcsoportot alkotnak –

és az olyan (I) általános képletű vegyületek megfelelő enol-éterei, mely képletben R¹ hidrogénatomtól vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoporttól eltérő jelentésű, továbbá az R¹ csoportként hidrogénatomot tartalmazó (I) általános képletű vegyületek sói előállítására, *azzal jellemezve*, hogy

a) olyan (I) általános képletű vegyületek, melyekben R¹ hidrogénatomot jelent, valamint kívánt esetben ezen vegyületek fémsói előállítására (II) általános képletű vegyületet – ahol R², R³, R⁴, R⁵ és R⁶ az előzőekben megadott jelentésű és R⁷ rövid szénláncú alkil-, előnyösen 1–4 szénatomos alkilcsoport – bázikus körülmények között gyűrűzárunk, és kívánt esetben, amennyiben az (I) általános képletű uracilszármazékok fémsóját nyerjük, ezt savval kezelve sav formájává alakítjuk,

b) olyan (I) általános képletű vegyületek, melyekben R¹ hidrogénatom és R⁶ 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoporttól eltérő jelentésű, valamint kívánt esetben ezen vegyületek fémsói előállítására (III) általános képletű vegyületet – ahol R², R³, R⁴, R⁵ és R⁷ az előzőekben megadott jelentésű és R^{6'} 1–4 szénatomos alkil-csoport vagy az R⁵ szubsztituenssel együtt tri- vagy tetrametilcsoport – bázikus körülmények között gyűrűzárunk, és kívánt esetben, amennyiben az (I) általános képletű uracilszármazék fémsóját nyerjük, ezt savval kezelve sav formájává alakítjuk,

c) olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, melyekben R¹ 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy

1–4 szénatomos halogén-alkil-csoportot jelent, egy (I') általános képletű uracilszármazékot – ahol R², R³, R⁴, R⁵ és R⁶ az előzőekben megadott jelentésű – egy 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoportot tartalmazó alkilezőszerrel alkilezzük,

d) olyan (I) általános képletű vegyületek, valamint a megfelelő enol-éterek előállítására, mely képletben R¹ hidrogénatomtól eltérő jelentésű, a (IV) általános képletű benzoessavat – ahol R^{1''} 1–4 szénatomos alkil-, 3 vagy 4 szénatomos alkenil-, 3 vagy 4 szénatomos alkinil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport és R³, R⁴, R⁵ és R⁶ az előzőekben megadott jelentésű – vagy a megfelelő enol-étert – ahol a benzoessavat, illetve enol-éterét egy reakcióképes származéka alakjában is alkalmazhatjuk – (V) általános képletű hidroxivegyülettel, ahol R² az előzőekben megadott jelentésű, vagy e hidroxivegyület egy reakcióképes származékával észterezzük,

e) olyan (I) általános képletű vegyületek, valamint a megfelelő enol-éterek előállítására, melyekben R³ cianocsoportot jelent, (I'') általános képletű 2-halogénbenzoessav-észtert – ahol R^{3'} halogénatom, előnyösen klór- vagy brómatom, és R¹, R², R⁴, R⁵ és R⁶ az előzőekben megadott jelentésű – vagy a megfelelő enol-étert egy fém-cianiddal kezeljük, és kívánt esetben az a), b) vagy e) eljárással kapott (I) általános képletű olyan vegyületet, ahol R¹ hidrogénatomot jelent, sóvá alakítunk.

13. A 12. igénypont szerinti a), c) vagy d) eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek, ezek enol-éterei és sói előállítására, ahol

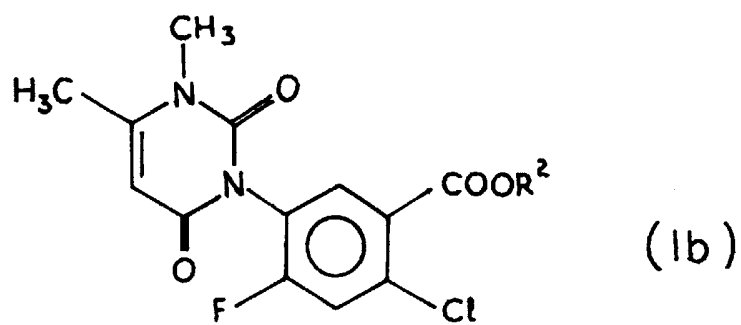
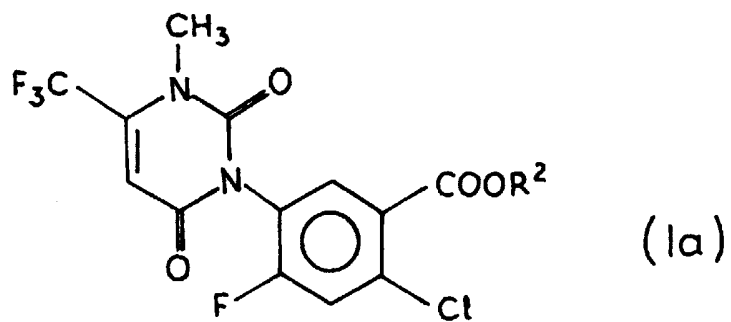
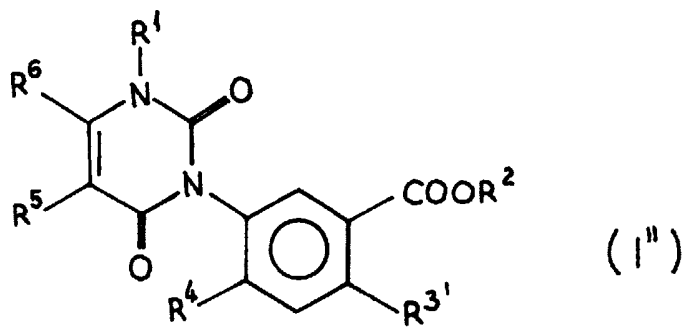
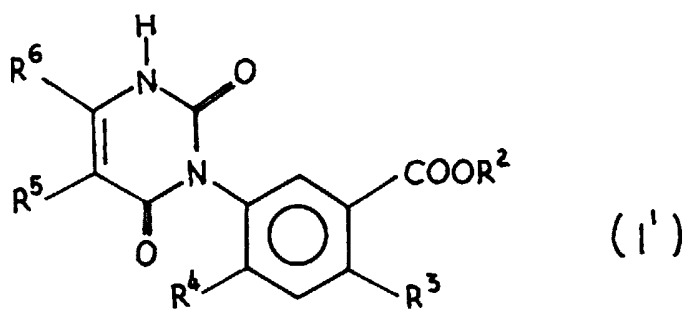
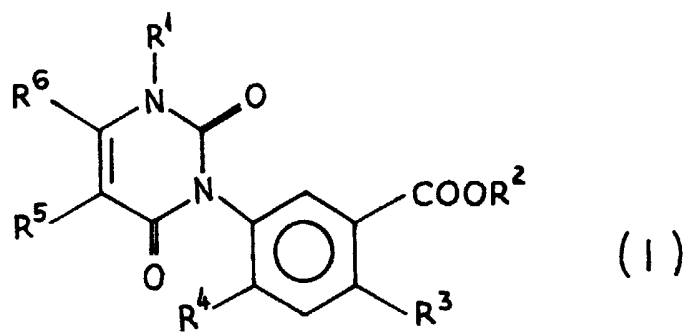
R² karboxi-(1–4 szénatomos alkil)-csoporttól eltérő; R⁵ hidrogén- vagy fluoratom, 1–4 szénatomos alkil-csoport, és

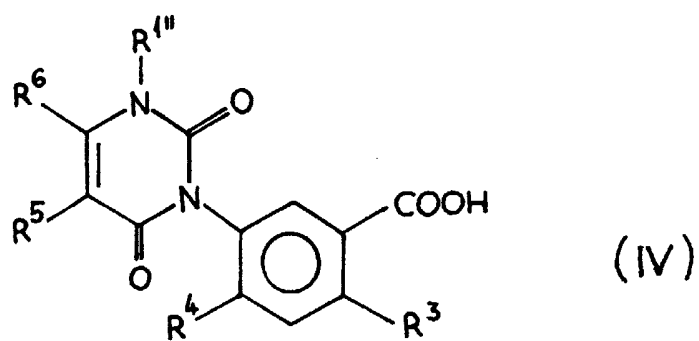
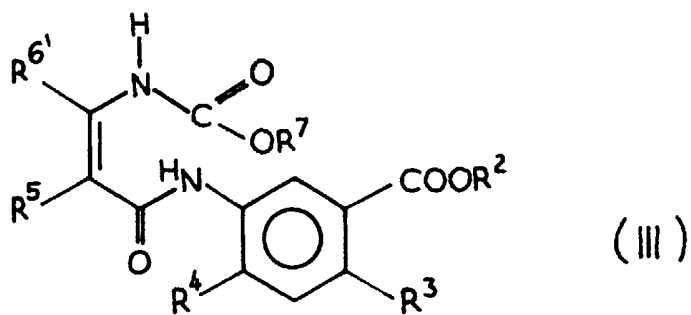
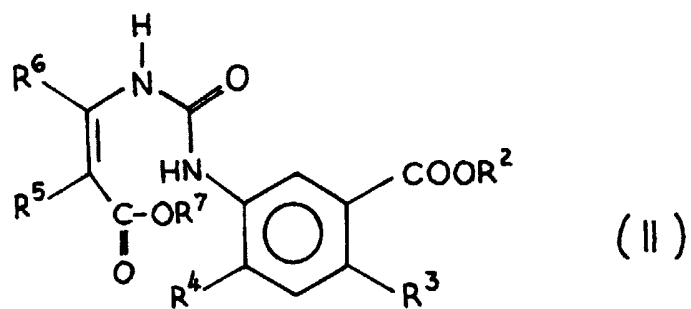
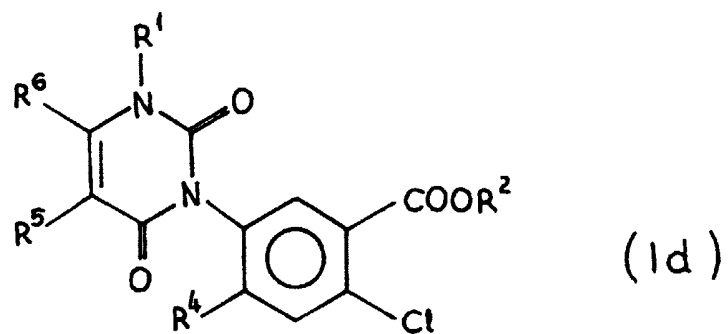
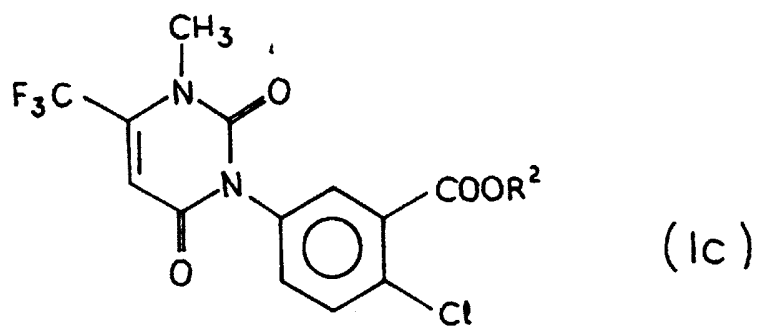
R⁶ 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos halogén-alkil-csoport,

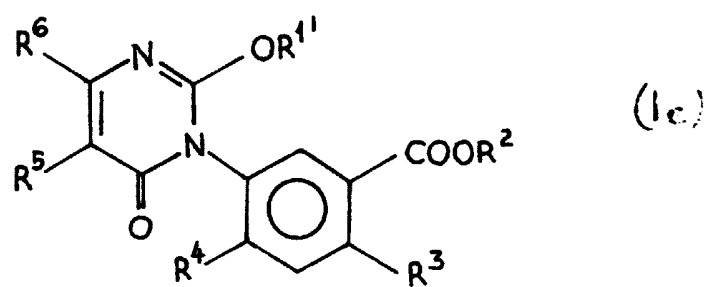
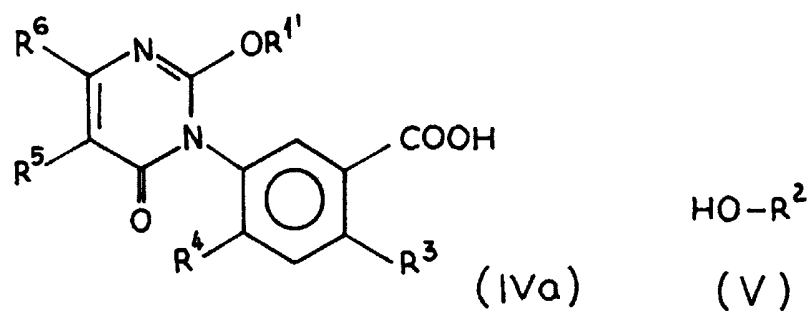
azzal jellemezve, hogy megfelelően szubsztituált anyagokból indulunk ki.

14. Eljárás gyomnövények irtására, *azzal jellemezve*, hogy a védendő objektumot és/vagy a gyomnövényeket az 1., 4., 5. vagy 7. igénypontok bármelyike szerinti vegyület hatásos mennyiségét tartalmazó 8. vagy 11. igénypont szerinti készítménnyel kezeljük.

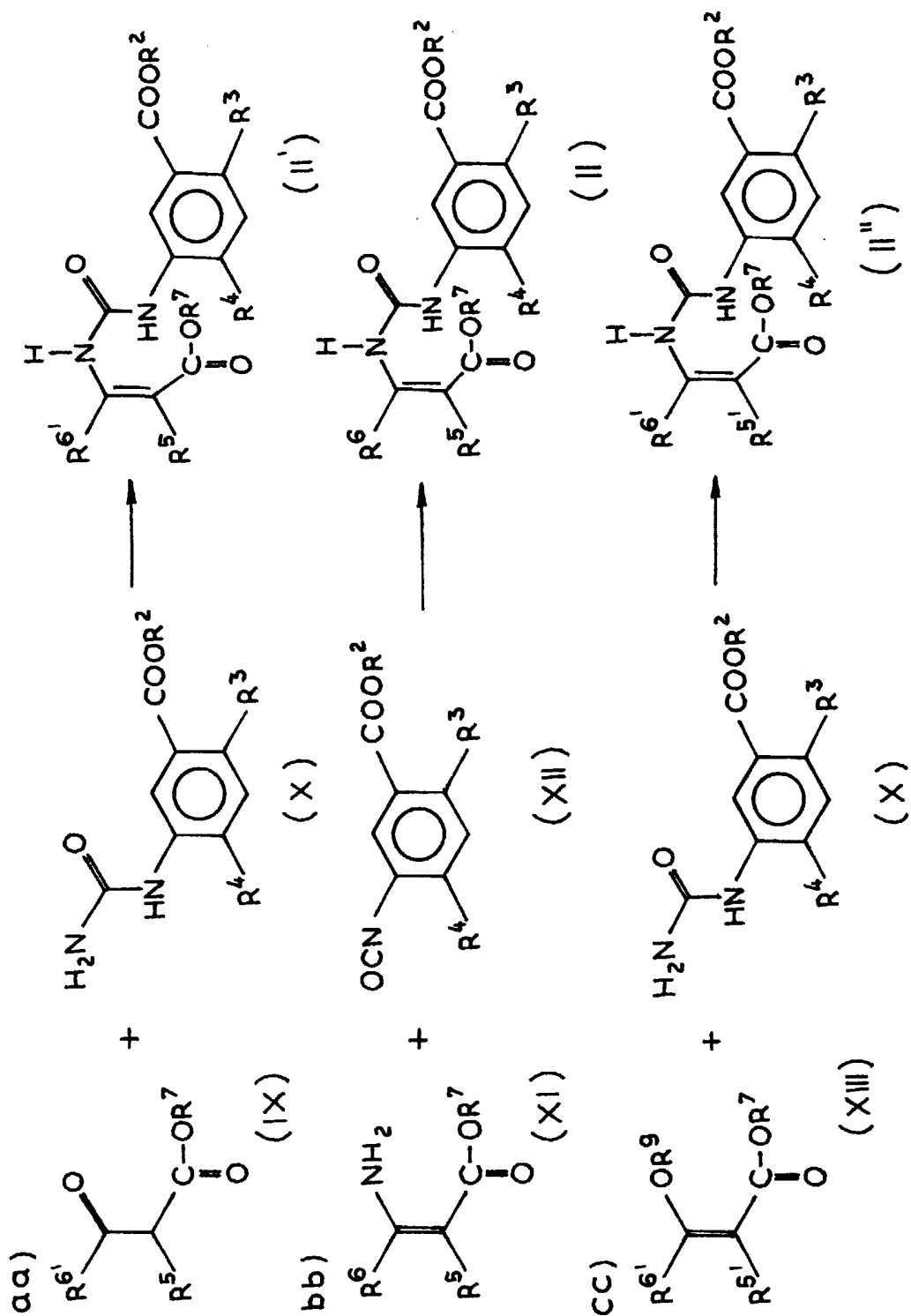
15. Eljárás gyomnövények irtására, *azzal jellemezve*, hogy a védendő objektumot és/vagy a gyomnövényeket a 2., 3. vagy 6. igénypontok bármelyike szerinti vegyület hatásos mennyiségét tartalmazó 9. vagy 10. igénypont szerinti készítménnyel kezeljük.







1. reakcióvázlat



2. reakcióvázlat

