



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 81 12 14 (P. 234 239)

Pierwszeństwo: 80 12 15 Wielka Brytania

Zgłoszenie ogłoszono: 82 08 02

Opis patentowy opublikowano: 1987 03 31

Int. Cl.³

A01N 43/54

C07D 239/47

CZYTELNIKA

Urząd Patentowy

100 000 000 000 000

Twórca wynalazku _____

Uprawniony z patentu: Sandoz A. G., Bazylea (Szwajcaria)

Środek chwastobójczy oraz sposób wytwarzania nowych eterów pirymidynowych

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy oraz sposób wytwarzania nowych eterów pirymidynowych stanowiących substancję czynną.

Z opisu patentowego Wielkiej Brytanii nr 1 523 274 znane są między innymi etery 2-amino-4-pirymidynowe o właściwościach chwastobójczych. Lecz choć dostępny jest już szeroki wachlarz herbicydów, wciąż istnieje zapotrzebowanie na bardziej efektywne i selektywne środki chwastobójcze. Nowe etery 2-amino-4-pirymidynowe charakteryzują się występowaniem grupy cyklopropylometoksylowej w pozycji 4 pierścienia pirymidynowego. Grupa aminowa w pozycji 2 pierścienia pirymidynowego może być dopuszczalną w herbicydach pierwszorzędową, drugorzędową lub trzeciorzędową grupą aminową. Grupa cyklopropylometoksylova w pozycji 4 pierścienia pirymidynowego może być niepodstawiona lub podstawiona w rodniku cyklopropylowym grupą dopuszczalną w herbicydach. Pierścień pirymidynowy może ponadto zawierać dopuszczalne w herbicydach podstawniki w pozycji 5 i 6.

Nowe związki mogą występować w postaci soli addycyjnych z kwasami. Jako sole nowych związków korzystnie bierze się pod uwagę sole dopuszczalne w herbicydach. Sole addycyjne z kwasami można wytwarzać z wolnych zasad w znany sposób i vice versa. Jako przykłady kwasów stosowanych do wytwarzania soli addycyjnych z kwasami wymienienia się kwas chlorowodorowy, bromo-

2

wodorowy, siarkowy, azotowy i fosforowy.

Korzystną grupą nowych związków są związki o wzorze 1, w którym R_1 oznacza atom wodoru, rodnik alkilowy o 1–18 atomach węgla, rodnik alkilowy o 1–18 atomach węgla podstawiony 1–2 podstawnikami, takimi jak grupa alkoksylowa o 1–4 atomach węgla lub grupa 2-czterowodorofurylowa; rodnik alkenylowy o 1–18 atomach węgla; rodnik cykloalkilowy o 3–8 atomach węgla lub rodnik cykloalkiloalkilowy o 3–8 atomach węgla w rodniku cykloalkilowym i 1–5 atomach węgla w rodniku alkilowym niepodstawiony lub podstawiony 1–2 atomami chlorowca, takimi jak fluor, chlor i brom; rodnik fenylova niepodstawiony lub podstawiony 1–3 podstawnikami, takimi jak chlorowec, np. fluor, chlor i brom, rodnik alkilowy o 1–4 atomach węgla i grupa alkoksylowa o 1–4 atomach węgla, R_2 oznacza wodór, lub rodnik alkilowy o 1–5 atomach węgla, albo R_1 i R_2 razem oznaczają łańcuch alkilenowy o 4–6 atomach węgla, Y_1 i Y_2 niezależnie od siebie oznaczają atomy wodoru lub chlorowca, takiego jak fluor, chlor lub brom, R_3 , R_4 i R_5 niezależnie od siebie oznaczają atomy wodoru, rodniki alkilowe o 1–5 atomach węgla niepodstawione lub podstawione chlorowcem, takim jak fluor, chlor lub brom, R_6 oznacza rodnik alkilowy o 1–5 atomach węgla, a R_7 oznacza atom wodoru albo rodnik alkilowy o 1–5 atomach węgla.

W przypadku, gdy R_1 oznacza niepodstawiony

lub podstawiony rodnik alkilowy o 1—18 atomach węgla, rodnik ten może być prosty lub rozgałęziony. Rozgałęziony rodnik alkilowy o 1—18 atomach węgla zawiera korzystnie drugorzędowy atom węgla w położeniu α w stosunku do atomu azotu, z którym jest związany. Szczególnie korzystnym rodnikiem alkilowym o 1—18 atomach węgla jest rodnik alkilowy o 1—12 atomach węgla, zwłaszcza rodnik etylowy, n-propylowy, izopropylowy, n-butyłowy, II-rzęd. butylowy, 1-metylo-butyłowy-1, n-heksylowy, 1-metylo-heptyłowy-1 i n-decylowy. W przypadku, gdy R_1 jest podstawiony, korzystnie jest monopodstawiony. Korzystnym podstawnikiem jest grupa CH_3O i grupa 2-czterowodorofurylowa.

W przypadku, gdy R_1 oznacza rodnik alkenylowy o 1—18 atomach węgla, rodnik ten może być prosty lub rozgałęziony i stanowi zwłaszcza rodnik alkenylowy o 1—12 atomach węgla, np. rodnik alkilowy.

W przypadku, gdy R_1 stanowi lub zawiera rodnik cykloalkilowy o 3—8 atomach węgla, rodnik ten oznacza korzystnie rodnik cykloalkilowy o 3—6 atomach węgla, zwłaszcza rodnik cykloalkilowy o 3—5 atomach węgla. W przypadku, gdy R_1 oznacza rodnik cykloalkiloalkilowy o 3—8 atomach węgla w grupie cykloalkilowej i 1—5 atomach węgla w grupie alkilowej, rodnik alkilenowy tej grupy zawiera korzystnie 1—3 atomy węgla i oznacza zwłaszcza grupę CH_2 .

W przypadku, gdy R_1 oznacza podstawioną chlorowcem grupę cykloalkilową o 3—8 atomach węgla lub grupę cykloalkiloalkilową o 3—8 atomach węgla w grupie cykloalkilowej i 1—5 atomach węgla w grupie alkilowej, chlorowcem jest korzystnie Cl lub Br, zwłaszcza Cl i występuje korzystnie w części cykloalkilowej tych grup.

W przypadku, gdy R_1 oznacza podstawiony rodnik fenyłowy, jak wyżej podano, jego podstawnik chlorowcowy stanowi korzystnie Cl, a podstawniki alkilowe o 1—4 atomach węgla lub alkoksylowe o 1—4 atomach węgla zawierają korzystnie 1—2 atomy węgla, a zwłaszcza 1 atom węgla. Podstawiony rodnik fenyłowy jest korzystnie monopodstawiony.

Podstawnik R_1 oznacza korzystnie rodnik alkilowy o 3—6 atomach węgla, zwłaszcza rodnik alkilowy o 3—4 atomach węgla, szczególnie w postaci rozgałęzionej. Podstawnik R_2 oznacza korzystnie atom wodoru lub rodnik metylowy, zwłaszcza atom wodoru.

W przypadku, gdy Y_1 i/lub Y_2 oznaczają chlorowiec, chlorowiec ten stanowi korzystnie Cl lub Br, przy czym Y_1 i Y_2 są korzystnie identyczne. W przypadku, gdy R_3 , R_4 i R_5 oznaczają rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, jest to korzystnie rodnik alkilowy o 1—4 atomach węgla, zwłaszcza rodnik alkilowy o 1—2 atomach węgla, w szczególności rodnik metylowy. W przypadku, gdy któryś z rodników R_3 , R_4 lub R_5 jest podstawiony chlorowcem, to jest on korzystnie monopodstawiony, zwłaszcza chlorem lub bromem, szczególnie chlorem. W przypadku, gdy R_6 i/lub R_7 oznaczają rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, rodnik ten może być prosty lub rozgałęziony i korzystnie oznacza grupę

metylową. Podstawnik R_7 korzystnie oznacza atom wodoru.

Korzystną podgrupą związków o wzorze 1 są związki o wzorze 1a, w którym R'_1 oznacza rodnik alkilowy o 1—18 atomach węgla, a Y_1 , R_3 , R_4 i R_5 mają znaczenie wyżej podane. Według wynalazku sposób wytwarzania nowych eterów pirymidynylowych polega na przyłączeniu żądanej grupy cyklopropylometylowej do tlenu odpowiedniej 4-hydroksypirymidyny albo jej soli metalu alkalicznego drogą metod 0-alkilowania. Na przykład związki o wzorze 1 można otrzymywać drogą 0-alkilowania związków o wzorze 2, w którym M oznacza atom wodoru lub metalu alkalicznego, a R_1 , R_2 , R_6 i R_7 mają znaczenie wyżej podane, za pomocą związków o wzorze 3, w którym X oznacza grupę odszczepialną w warunkach reakcji, a Y_1 , Y_2 , R_3 , R_4 i R_5 mają znaczenie wyżej podane.

Reakcję można prowadzić w sposób konwencjonalny, w warunkach znanych dla procesów wytwarzania eterów 4-pirymidynylowych z 4-hydroksypirymidyn lub ich odpowiednich soli metali alkalicznych. Podstawnik X może być każdą grupą odszczepialną w warunkach reakcji kondensacji 4-hydroksypirymidyny i oznacza korzystnie chlorowiec, taki jak chlor i brom, zwłaszcza chlor. W przypadku, gdy M oznacza atom metalu alkalicznego, jest to korzystnie sól lub potas.

Reakcję można prowadzić w nieobecności lub w obecności rozpuszczalnika, korzystnie w rozpuszczalniku. Jeżeli stosuje się rozpuszczalnik, to jest to korzystnie amid organicznego kwasu karboksylowego, taki jak dwumetyloformamid, węglowodór, chlorowany węglowodór, eter lub keton, alkohol lub pirydyna. Reakcję prowadzi się korzystnie w temperaturze 0—150°C, zwłaszcza 40—120°C. W przypadku, gdy M oznacza wodór, reakcję prowadzi się korzystnie w obecności środka wiążącego kwas, takiego jak węgiel potasu lub sodu, wodorotlenek potasu, metanolan sodu, trójetyloamina lub pirydyna. Gdy 0-alkilowanie prowadzi się w obecności zasady metalu alkalicznego, związek o wzorze 2, przynajmniej częściowo, reaguje jako sól metalu alkalicznego.

W zależności od znaczenia podstawników związków o wzorze 1 mogą występować w różnych postaciach izomerycznych. Jeżeli otrzymuje się mieszaninę związków izomerycznych, to ze względów praktycznych stosuje się zazwyczaj te mieszaniny jako takie w środkach według wynalazku, nawet gdy można przeprowadzić rozdzielanie znanymi metodami.

Nowe związki można stosować jako środki chwastobójcze, przy czym określeniem tym obejmuje się również substancje, które hamują lub wpływają na wzrost roślinności lub roślin. Pod pojęciem roślin należy rozumieć kiełkujące nasiona, wschodzące siewki oraz wzrosłą roślinność, włącznie z częściami podziemnymi.

Nowe substancje czynne można stosować do niszczenia chwastów jednoliściennych i dwuliściennych, takich jak *Lepidium sativum*, *Avena sativa*, *Agrostis alba* i *Lolium perenne*, stosując dawki 1,4—5,6 kg/ha przed wzejściem lub po wzejściu. Nowe związki nadają się również do zwalczania

chwastów dwuliściennych i chwastów trawiastych, jak to stwierdzono w testach, stosując dawki 0,15—5,0 kg substancji czynnej, w przypadku chwastów dwuliściennych, takich jak *Amaranthus retroflexus*, *Capsella bursa-pastoris*, *Chenopodium alba*, *Stellaria media*, *Senecio vulgaris*, *Galium aparine*, *Portulaca* spp. i *Abutilon* spp., a zwłaszcza w przypadku chwastów trawiastych, takich jak *Agropyron repens*, *Agrostis alba*, *Alopecurus myosuroides*, *Apera spica-venti*, *Avena fatua*, *Echinochloa crus-galli*, *Lolium perenne*, *Sorghum halepense*, *Digitaria sanguinalis*, *Setaria italica*, *Leptochloa dubia* i *Panicum* spp.

Nowe związki są stosunkowo mniej toksyczne w stosunku np. do upraw trawiastych, takich jak zboże (pszenica, jęczmień, ryż) albo kukurydza, lub też upraw takich, jak soja, bawełna, marchew, buraki cukrowe, ziemniaki, lucerna, słonecznik lub len, aniżeli w stosunku do chwastów. Środki według wynalazku można więc stosować jako selektywne środki chwastobójcze w uprawach. Zwalczanie chwastów środkami według wynalazku w miejscu ich występowania, zwłaszcza w uprawach, jak wyżej podano, prowadzi się drogą traktowania środowiska chwastobójczo efektywną ilością nowych związków.

Ilość nowych substancji czynnych, którą należy użyć w celu uzyskania totalnego lub selektywnego efektu chwastobójczego różni się w zależności od danej uprawy, a także innych czynników, takich jak stosowany związek, sposób aplikowania, warunki traktowania itp. Właściwe dawki można określić sposobem rutynowym przez fachowców albo porównując aktywność nowych związków ze znanymi środkami np. w testach w cieplarni. Jednakże na ogół uzyskuje się zadowalające wyniki, gdy nowe związki stosuje się w ilości około 0,2—5 kg/ha, zwłaszcza około 0,5—4 kg/ha, w szczególności 1,0—3,0 kg/ha i aplikowanie powtarza się w razie potrzeby. W przypadku, gdy środki stosuje się w uprawach, dawka korzystnie nie powinna przekraczać 3 kg/ha.

Korzystnie stosuje się środki według wynalazku po wejściu do selektywnego zwalczania chwastów w uprawach dwuliściennych, takich jak lucerna, ziemniaki, słonecznik i marchew, zwłaszcza ta ostatnia, jak również korzystnie w uprawach trawiastych, takich jak zboże, np. pszenica itp., oraz kukurydza. Korzystnie stosuje się również środki według wynalazku przed wejściem do selektywnego zwalczania chwastów w uprawach dwuliściennych, takich jak marchew, ziemniaki, soja, lucerna, słonecznik i bawełna. Szczególnie korzystnie stosuje się środki według wynalazku przed wejściem w uprawach słonecznika, a zwłaszcza bawełny.

Czas wejścia odnosi się tu do chwastów. W przypadku selektywnego stosowania po wejściu, środki według wynalazku można stosować przed wejściem roślin uprawnych, ale korzystnie stosuje się środki po wejściu obydwu, a mianowicie chwastów i roślin uprawnych.

Nowe związki stosuje się korzystnie jako środki chwastobójcze w połączeniu z chwastobójczo dopuszczalnym rozcieńczalnikiem. Odpowiednie pre-

paraty zawierają 0,01—99% wagowych substancji czynnej, 0—20% chwastobójczo dopuszczalnego środka powierzchniowo czynnego i 1—99,99% stałego lub ciekłego rozcieńczalnika. Wyższe dawki środka powierzchniowo czynnego do substancji czynnej są czasem pożądane i uzyskuje się przez wbudowanie do preparatu albo podczas mieszania w zbiorniku. Preparaty zawierają na ogół 0,01—25% wagowych substancji czynnej. Można oczywiście stosować niższe lub wyższe stężenia substancji czynnej w zależności od celu stosowania i fizycznych właściwości związku. Koncentraty do rozcieńczania przed użyciem zawierają na ogół 2—90%, korzystnie 10—80% wagowych substancji czynnej.

Środki według wynalazku wytwarza się w postaci proszku, granulatu, ziarenek, koncentratów zawieszinowych, proszków zwilżalnych, koncentratów emulsyjnych itp. Otrzymuje się je w znany sposób przez zmieszanie nowych związków z rozcieńczalnikiem. Preparaty ciekłe otrzymuje się przez zmieszanie składników, subtelnie rozdrobnione preparaty stałe otrzymuje się przez zmieszanie i zwykłe mielenie, zawiesziny przez mielenie na wilgotno, a granulaty i ziarenka przez rozpylanie substancji czynnej na granulowanych nośnikach lub drogą technik aglomeracyjnych. Środki według wynalazku można też stosować w postaci mikrokapsulek.

Chwastobójczo dopuszczalne dodatki można stosować w środkach chwastobójczych w celu polepszenia rozprowadzania substancji czynnej oraz do zmniejszenia pienienia, zbrzylenia i korozji. Jako środki powierzchniowo czynne stosuje się chwastobójczo dopuszczalne substancje, które nadają zdolność tworzenia emulsji, rozlewność, zwilżalność, zdolność tworzenia dyspersji lub inne właściwości powierzchniowo czynne. Jako przykłady środków powierzchniowo czynnych wymienia się ligninosulfonian sodu i laurylosiarczan sodu.

Jako rozcieńczalniki bierze się pod uwagę ciekłe lub stałe chwastobójczo dopuszczalne substancje stosowane do rozcieńczania koncentratu w celu uzyskaniażądanego stężenia. Dla proszków lub granulatów może to być np. talk, kaolin lub ziemia okrzemkowa, dla koncentratów ciekłych np. węglowodory, takie jak ksylen, albo alkohole, takie jak izopropanol, a dla ciekłych postaci użytkowych np. woda lub olej napędowy.

Dalsze informacje dotyczące stałych rozcieńczalników, ciekłych rozcieńczalników i rozpuszczalników, środków powierzchniowo czynnych, wytwarzania zawieszin, technik aglomeracyjnych i rodzajów preparatów chwastobójczych zawarte są w brytyjskim opisie patentowym nr 2 015 503 str. 19—20. Środki według wynalazku mogą również zawierać inne związki biologicznie czynne, np. związki o podobnej lub uzupełniającej aktywności chwastobójczej, związki regulujące wzrost roślin, substancje chwastobójcze, antidota, substancje grzybobójcze lub owadobójcze.

O ile wytwarzanie materiału wyjściowego nie jest opisane, to związki takie są znane albo mogą być wytwarzane metodami znanymi dla otrzymywania pochodnych 2-amino-4-hydroksypiryminy i halogenków cyklopropylometylowych, albo meto-

dami analogicznymi do tu opisanych lub do metod znanych. Poniżej podaje się przykłady preparatów środka według wynalazku.

Przykład A. Proszek zwilżalny. 25 części substancji czynnej np. związku z przykładu I miesza się i miele z 25 częściami syntetycznej, subtelnie rozdrobnionej krzemionki, 2 częściami laurylosiarczanu sodu, 3 częściami ligninosulfonianu sodu i 45 częściami subtelnie rozdrobnionego kaolinu aż do uzyskania cząstek o wielkości około 5 mikronów. Uzyskany proszek zwilżalny rozcieńcza się przed użyciem wodą, otrzymując ciecz do opryskiwania o żądanym stężeniu.

Przykład B. Koncentrat emulsyjny. 25 części substancji czynnej, np. związku z przykładu I, 65 części ksylenu i 10 części emulgatora (np. ATLOX 4851B, mieszanina alkiloarylosulfonianu wapnia i polietoksylovanego trójglicerydu firmy Atlas Chemie GmbH) miesza się starannie do uzyskania jednorodnego roztworu. Otrzymany koncentrat emulsyjny przed użyciem rozcieńcza się wodą.

Przykład C. Granulat. 5 kg substancji czynnej, np. związku z przykładu I rozpuszcza się w 15 litrach chloruku metylenu. Roztwór wprowadza się następnie do 95 kg granulowanego atapulgitu i dokładnie miesza. Następnie rozpuszczalnik odparowuje się pod obniżonym ciśnieniem. W następujących przykładach temperatura podana jest w stopniach Celsjusza.

Przykład I. 2-izopropylamino-4-metylo-6-

-(1-metylo-2,2-dwuchlorocyklopropylo)-metoksy]-pirymidyna (nr kodowy 1).

8,4 g (0,05 mola) 2-izopropylamino-6-hydroksy-6-metylopirymidyny, 6,9 g (0,05 mola) K_2CO_3 , 6,9 g (0,05 mola) bromku 1-metylo-2,2-dwuchlorocyklopropylometylu i 100 ml absolutnego dwumetyloformamidu wprowadza się do kolby do sulfonowania i mieszaninę ogrzewa w ciągu 26 godzin na łaźni o temperaturze 110°. Po ochłodzeniu mieszaninę reakcyjną sący się przez ziemię okrzemkową i zależa. Otrzymany pomarańczowo-czerwony olej chromatografuje się na żelu krzemionkowym, stosując eter dwuetylowy (n-heksan 1:1 jako fazę rozwijającą. Tytułowy związek otrzymuje się w postaci żółtego, przezroczystego oleju o wartości $R_f = 0,25$.

Przykład II. Postępując w sposób opisany w przykładzie I, lecz stosując odpowiedni związek wyjściowy o wzorze 2 i o wzorze 3, otrzymuje się związki zebrane w tabelicy 1. W przypadku, gdy związek otrzymuje się w postaci oleju, w tabeli podana jest wartość R_f na żelu krzemionkowym, przy czym a), b) i c) oznaczają następujące fazy rozwijające: a) eter dwuetylowy (n-heksan 1:1, b) eter dwuetylowy /n-heksan 1:3 i c) eter dwuetylowy /n-pentan 1:3. W pozostałych przypadkach podana jest temperatura topnienia. Związki te będą oznaczone numerem kodowym 2 z odpowiednim uzupełnieniem z kolumny 1, tabeli 1.

Tabela 1
Związki o wzorze 1

Związek	R_1	R_2	R_3	R_4	R_5	R_6	R_7	Y_1	Y_2	Właściwości fizyczne
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
A	C_2H_5	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	96—98
B	Allyl	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	86—88
C	wzór 4	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	77—79
D	$CH_3OCH_2CH_2CH_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	78—80
E	n- C_3H_7	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	77—79
F	n- C_4H_9	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	78—80
G	"	H	H	CH_2Cl	H	CH_3	H	Cl	Cl	68—70
H	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	93—95
J	"	H	CH_2Cl	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	84—86
K	"	H	H	CH_3	CH_3	CH_3	H	Cl	Cl	73—75
L	i- C_3H_7	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	49—50
M	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0,25a)
N	"	H	H	H	H	CH_3	H	Br	Br	olej (0,15a)
O	$CH_3OCH_2CH_2CH_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	76—78
P	i- C_3H_7	H	H	CH_3	CH_3	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0,25a)
Q	"	H	CH_2Cl	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0,25a)
R	"	H	H	H	CH_2Cl	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0,25a)
S	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	olej (0,10b)
T	n- C_4H_9	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	77—79
U	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	47—49

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
V	$n\text{-C}_4\text{H}_9$	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	63—65
W	"	H	H	H	H	CH_3	H	Br	Br	74—76
X	"	H	H	CH_2Cl	H	CH_3	H	Cl	Cl	54—55
Y	$\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CH}_2)\text{CH}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-1	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-2	"	H	H	H	H	CH_3	H	Br	Br	olej (0.25a)
Z-3	"	H	H	CH_2Cl	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.35a)
Z-4	$\text{III-rz.C}_4\text{H}_9$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	72—74
Z-5	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	70—72
Z-6	$n\text{-C}_5\text{H}_{11}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	58—60
Z-7	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	50—62
Z-8	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	61—63
Z-9	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	80—82
Z-10	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_2)\text{CH}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-11	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.30a)
Z-12	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.15b)
Z-13	"	H	H	CH_2Cl	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-14	$(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{-CH-CH}_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-15	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{CH}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.15a)
Z-16	wzór 5	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	48—49
Z-17	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-18	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.20a)
Z-19	$n\text{-C}_6\text{H}_{13}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	52—53
Z-20	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	46—48
Z-21	"	H	H	H	CH_3	CH_3	H	Cl	Cl	48—50
Z-22	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH-CH}_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.10b)
Z-23	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{CHCH}_2$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	61—63
Z-24	wzór 6	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	84—86
Z-25	$n\text{-C}_8\text{H}_{17}\text{-CH-CH}_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.30a)
Z-26	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25c)
Z-27	$n\text{-H}_{15}\text{C}_7$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	45—47
Z-28	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.15b)
Z-29	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.20b)
Z-30	$n\text{-H}_{17}\text{C}_9$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	43—45
Z-31	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-32	$n\text{-H}_{15}\text{C}_6\text{-CH-CH}_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-33	$(\text{CH}_3)_2\text{CH}(\text{CH}_2)_3\text{-CHCH}_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.30a)
Z-34	wzór 7	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.15b)
Z-35	$n\text{-C}_9\text{H}_{19}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	45—47

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Z-36	$n-C_9H_{19}$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	olej (0.35a)
Z-37	$n-C_{10}H_{21}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	35—37 olej
Z-38	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.10b)
Z-39	$n-C_{11}H_{23}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	35—37
Z-40	$n-C_{18}H_{37}$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	43—45
Z-41	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	44—46 olej
Z-42	$i-C_5H_7$	H	H	H	H	CH_3	CH_3	Cl	Cl	(0.10b) olej
Z-43	$n-C_5H_7$	H	H	H	H	CH_3	$-C_3H_7$	Cl	Cl	(0.25a) olej
Z-44	$i-C_5H_7$	H	H	H	H	CH_3	$i-C_3H_7$	Cl	Cl	(0.15b)
Z-45	H	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	109—111
Z-46	CH_3	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	126—127
Z-47	C_2H_5	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	62—64
Z-48	C_2H_5	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	98—100
Z-49	$n-C_5H_7$	H	H	H	H	CH_3	H	Br	Br	85—88
Z-50	$n-C_5H_7$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	57—59
Z-51	$n-C_4H_9$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	49—51
Z-52	$(CH_3)_2CH-CH_2$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	100—102
Z-53	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	65—67 olej
Z-54	$CH_3-CH_2-CH-CH_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Br	Br	(0.30a)
Z-55	wzór 8	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	64—66 olej
Z-56	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.20a)
Z-57	$n-C_6H_9$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	42—44 olej
Z-58	$CH_3-(CH_2)_2-CHCH_3$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	(0.30a) olej
Z-59	$(CH_3)_2-CH-CHCH_3$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.30a)
Z-60	$n-C_6H_{13}$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	52—54 olej
Z-61	wzór 9	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	(0.30a) olej
Z-62	wzór 10	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.30a) olej
Z-63	cykloheksyl	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.10b) olej
Z-64	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.25a)
Z-65	$n-C_7H_{15}$	H	H	CH_2Cl	H	CH_3	H	Cl	Cl	43—45 olej
Z-66	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	(0.25a) olej
Z-67	$n-C_5H_{11}-CHCH_3$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	(0.30a) olej
Z-68	$(i-C_5H_7)-CH$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.20b) olej
Z-69	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.35a) olej
Z-70	$n-C_6H_{13}-CHCH_3$	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.40a) olej
Z-71	"	H	CH_3	H	H	CH_3	H	Br	Br	(0.35a) olej
Z-72	"	H	H	CH_2Cl	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.35a) olej
Z-73	$n-C_{10}H_{21}$	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.10b) olej
Z-74	$n-C_8H_{17}CH=CH(CH_2)_3$	H	H	H	H	CH_3	H	Cl	Cl	(0.25a) olej
Z-75	"	H	H	CH_3	H	CH_3	H	Br	Br	(0.35a)

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Z-76	CH ₃	CH ₃	H	H	H	CH ₃	H	Cl	Cl	olej (0.35b)
Z-77	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H	CH ₃	H	Cl	Cl	54—56 olej (0.45b)
Z-78	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	H	H	H	CH ₃	H	Cl	Cl	olej (0.55b)
Z-79	n-C ₃ H ₇	-C ₃ H ₇	CH ₃	H	H	CH ₃	H	Cl	Cl	72—73 olej (0.20b)
Z-80	(CH ₃) ₄		H	H	H	CH ₃	H	Cl	Cl	olej (0.35a)
Z-81	"		CH ₃	H	H	CH ₃	H	Cl	Cl	41—43 olej (0.25a)
Z-82	wzór 11	H	CH ₃	H	H	CH ₃	H	Br	Br	olej (0.30a)
Z-83	i-C ₃ H ₇	H	H	H	H	CH ₃	H	H	H	olej (0.25a)
Z-84	n-C ₆ H ₁₁ -	H	H	CH ₂ Cl	H	CH ₃	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-85	wzór 11	H	H	CH ₂ Cl	H	CH ₃	H	Cl	Cl	olej (0.25a)
Z-86	n-C ₁₀ H ₂₁ -	H	CH ₃	H	H	CH ₃	H	Br	Br	olej (0.25a)
Z-87	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH-CH ₃	H	H	H	H	CH ₃	H	Br	Br	olej (0.25a)
Z-88	n-C ₉ H ₁₉ -	H	H	H	H	CH ₃	H	Br	Br	olej (0.25a)

Wodoroszczawian związku o nr kodowym 2L, o temperaturze topnienia 120—122°, wytwarza się w sposób następujący. Do kolby do sulfonowania wprowadza się 4,5 g kwasu szczawowego w 200 ml absolutnego eteru dwuetylowego i wkrapla roztwór 14,5 g związku o nr kodowym 2L, w postaci zasady, w 50 ml absolutnego eteru dwuetylowego, przy czym temperatura wzrasta do 21—24°. Mieszaninę miesza się przez noc w temperaturze pokojowej. Otrzymany wodoroszczawian odsącza się, przemycia absolutnym eterem dwuetylowym i suszy pod obniżonym ciśnieniem. Związki pośrednie wytwarza się na przykład w sposób następujący.

Przykład III. Bromek 2,2-dwuchlorocyklopropylometylu. Do kolby do sulfonowania zawierającej 242 g (2 mole) bromku alililu, 954 g (8 moli) CHCl₃ i 6 g bromku benzylo-trójetylamoniowego wkrapla się, mieszając, 640 g (8 moli) 50% NaOH. Temperaturę, częściowo chłodząc, utrzymuje się na poziomie około 40—45°. Po zakończeniu dodawania mieszaninę reakcyjną miesza się w ciągu 2 godzin, a następnie w ciągu dalszych 2 godzin w temperaturze łaźni 55°. Następnie mieszaninę reakcyjną chłodzi się, rozcieńcza 1 litrem wody i ekstrahuje CH₂Cl₂. Fazę organiczną suszy się nad Na₂SO₄ i odparowuje rozpuszczalnik. Uzyskany brunatny roztwór destyluje się przez kolumnę Vigreux (o długości 20 cm), otrzymując bezbarwny roztwór o temperaturze 73—83°. Następujące przykłady ilustrują wyniki testów.

Przykład IV. Traktowanie przed wzejściem. Nasienniki o średnicy 7 cm wypełnia się mieszaniną podłoża torfowego i piasku. Dostępną powierzchnię mieszaniny spryskuje się testowaną cieczą z testowanego związku (np. preparatu z przykładu B) i do każdego nasienika wysiewa się nasiona *Lepidium sativum*, *Agrostis alba*, *Avena sativa* i *Lolium perenne*, przy czym nasiona *Avena sativa* i

Lolium perenne po wysianiu przykrywa się cienką warstwą (0,5 cm) mieszaniny podłoża torfowego i piasku. Nasienniki pozostawia się w ciągu 21 dni w temperaturze pokojowej przy dawce 14—17 godzin światła (światło dzienne lub jego równoważnik) dziennie. Działanie chwastobójcze ocenia się po upływie 21 dni. Ocena polega na wizualnej ocenie stopnia i jakości uszkodzeń różnych wysianych roślin.

Związki o wzorze 1 z przykładów I i II nanosi się w analogiczny sposób, stosując dawki 1,4 i 5,6 kg substancji czynnej na hektar. Obserwuje się działanie chwastobójcze, czyli znaczne uszkodzenie testowych roślin.

Przykład V. Traktowanie po wzejściu. Postępuje się w sposób opisany w przykładzie IV, z tym, że testowane substancje chwastobójcze aplikuje się, gdy rośliny osiągną stadium 2—4 liści, przy czym wysiew nasion poszczególnych roślin waha się tak, aby zapewnić osiągnięcie przez rośliny stadium 2—4 liści w przybliżeniu w tym samym czasie. Związki aplikuje się w wyżej opisany sposób, stosując dawki odpowiadające 1,4 kg/ha i 5,6 kg/ha. Efekt chwastobójczy ocenia się po upływie 21 dni, po aplikowaniu testowanych związków w sposób opisany w przykładzie IV. Obserwuje się działanie chwastobójcze.

Przykład VI. W tabelach 2 i 3 przedstawione jest chwastobójcze działanie nowych związków przy traktowaniu przed wzejściem. Nasienniki o wymiarach 30×40 cm wypełnia się na głębokość 6 cm mieszaniną podłoża torfowego i piasku. Dostępną powierzchnię tej mieszaniny spryskuje się testowaną wodną cieczą do opryskiwania (np. preparatem z przykładu B) zawierającą nowe związki w podanym stężeniu. Objętość cieczy do opryskiwania odpowiada 600 litrom testowanego roztworu wodnego na hektar. Ten sam test powtarza się

z różnymi stężeniami testowanej cieczy, przy czym stężenia dobiera się tak, aby uzyskiwać dawki podane w tablicach. Do każdego nasiennika wysiewa się 6 gatunków nasion. Liczba nasion wysianych dla każdego gatunku rośliny zależy od potencjału kiełkowania nasion, jak również od początkowego wymiaru wzrostu poszczególnych nasion roślin. Po wysianiu nasion powierzchnię pokrywa się cienką warstwą grubości około 0,5 cm mieszaniny podłoża torfowego i piasku. Nasienniki umieszcza się na okres 28 dni w temperaturze 20–24°C, stosując naswietlanie w ciągu 14–17 godzin dziennie. Działanie chwastobójcze poszczególnych środków chwastobójczych ocenia się po upływie 28 dni. Ocenę prowadzi się drogą oceniania wizualnego, określając stopień

i jakość uszkodzeń poszczególnych wysianych roślin.

5 Obserwuje się dobrą selektywną aktywność chwastobójczą przed wzejściem między innymi w przypadku związku o nr kodowym 1 w uprawach bawełny i słonecznika, związku o nr kodowym 2E w uprawach bawełny, słonecznika i marchwi, związku o nr kodowym 2L w uprawach bawełny i słonecznika, związku o nr kodowym 2Y w uprawach bawełny, lucerny, marchwi, ziemniaka i słonecznika, 10 związku o nr kodowym 2R w uprawach fasoli, marchwi, bawełny, ziemniaka, soi i buraka cukrowego. Związki o nr kodowych 1, 2E, 2L, 2Y i 2Z-83 wykazują również dobrą aktywność przeciwko Ga-
15 lium aparine.

Tabela 2

Działanie po wzejściu 1 kg/ha								
Roślina	Związek o nr kodowym (% uszkodzeń)							
	2 E	2 L	2 N	2 R	2 W	2 Y	1	2Z-83
Amaran. retrofl.	100	100	100	80	40	70	90	100
Capsella b.p.	90	100	100	70	10	100	90	100
Chenop. alb.	100	100	80	40	10	100	100	100
Galium aparine	70	60	10	10	10	70	30	50
Senecio vulg.	70	60	20	10	0	20	20	100
Stellaria media	60	90	20	50	0	40	20	80
Lucerna	20	70	20	30	0	20	10	100
Fasola	20	0	60	20	0	20	20	30
Marchew	40	40	0	0	0	30	20	60
Bawełna	40	0	0	0	0	10	0	0
Len	50	100	100	60	20	70	60	100
Ziemniaki	20	20	0	0	0	20	10	30
Soja	20	60	30	0	0	20	10	80
Burak cukrowy	30	20	0	0	0	10	20	70
Rzepak	60	100	90	60	30	90	40	100
Słonecznik	10	0	0	0	0	20	10	0
Agropyron repens	20	80	40	10	0	20	40	40
Agrostis alba	60	90	90	60	20	90	80	80
Alopec. myos.	70	90	80	50	30	70	70	100
Apera sp. venti.	90	100	100	60	10	80	90	90
Avena fatua	70	80	50	50	0	60	80	100
Echinochloa c.g.	70	90	80	60	0	70	60	70
Kukurydza	40	80	80	30	30	50	40	70
Pszenica	20	60	60	10	10	10	30	60

Tabela 4

Działanie po wzejściu 1 kg/ha								
Roślina	Związek o nr kodowym (% uszkodzeń)							
	2 E	2 L	2 N	2 R	2 W	2 Y	1	2Z-83
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Amaran. retrofl.	90	100	100	100	100	80	60	80
Capsella b.p.	100	100	100	100	100	100	100	100
Chenop. alb.	80	90	90	90	80	100	90	100
Galium aparine	80	50	30	50	30	60	30	20
Senecio vulg.	100	90	70	30	20	40	10	100
Stellaria media	100	90	80	20	30	40	10	90
Lucerna	10	30	30	10	10	10	10	30
Fasola	90	100	100	100	90	90	90	100

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Marchew	30	10	10	10	20	20	10	30
Bawełna	20	100	100	100	100	90	80	100
Len	100	100	100	100	100	100	100	100
Ziemniaki	10	50	70	50	10	20	20	20
Soja	90	80	100	100	80	70	80	90
Burak cukrowy	100	90	80	100	90	80	90	80
Rzepak	90	100	100	100	100	100	100	100
Słonecznik	10	30	100	10	10	80	10	20
Agropyron repens	0	10	10	0	0	10	10	0
Agrostis alba	100	100	90	90	90	90	100	100
Alopec. myos.	20	80	80	70	80	40	90	80
Apera sp. venti.	20	50	90	80	30	20	10	80
Avena fatua	10	30	60	40	10	30	20	20
Echinochloa c.g.	100	100	100	90	90	100	90	90
Kukurydza	20	30	20	10	10	10	10	30
Pszenica	10	10	0	0	0	0	10	0

Przykład VII. Działanie po wzejściu. Następujące tabele 4 i 5 ilustrują działanie związków o wzorze 1 w teście po wzejściu, przy czym postępuje się analogicznie do testu przed wzejściem opisanego w przykładzie VI z tym, że testowaną cieczą do opryskiwania aplikuje się, gdy rośliny osiągną stadium 2—4 liści. W tym celu różne gatunki nasion wysiewa się w zmiennych warunkach czasowych. Warunki cieplarniane (temperatura, świat-

ło) są te same, co w przykładzie VI. Ocenę działania chwastobójczego prowadzi się po upływie 28 dni po traktowaniu metodą opisaną w przykładzie VI. Zgodnie z danymi z tabel 4 i 5 związek o nr kodowym 1 nadaje się szczególnie do traktowania po wzejściu w uprawach ryżu i ziemniaków, a związki o nr kodowych 2E i 2Y do traktowania po wzejściu w uprawach pszenicy, bawełny i ziemniaka.

Tabela 5

Działanie po wzejściu 5 kg/ha								
Roślina	Związek o nr kodowym (% uszkodzeń)							
	2 E	2 L	2 N	2 R	2 W	2 Y	1	2Z—83
Amaran. retrofl.	100	100	100	100	100	100	100	100
Capsella b.p.	100	100	100	100	100	100	100	100
Chenop. alb.	100	100	100	100	100	100	100	100
Galium aparine	90	100	90	90	70	100	100	100
Senecio vulg.	100	100	100	100	100	100	100	100
Stellaria media	100	100	100	100	100	100	80	100
Lucerna	40	100	100	90	10	80	70	100
Fasola	100	100	100	100	100	70	100	100
Marchew	70	90	90	30	30	80	30	100
Bawełna	100	100	100	90	100	100	100	100
Len	100	100	100	100	100	100	100	100
Ziemniaki	70	90	100	90	10	50	30	100
Soja	90	90	100	100	100	80	90	100
Buraki cukrowe	100	100	100	100	100	100	100	100
Rzepak	100	100	100	100	100	100	100	100
Słonecznik	50	70	80	60	20	100	100	100
Agropyron repens	10	30	10	10	10	10	10	10
Agrostis alba	100	100	100	100	100	100	100	100
Alopec. myos.	90	100	100	90	100	100	100	100
Apera sp. venti.	90	100	100	100	90	100	100	100
Avena fatua	90	100	100	100	80	100	100	100
Echinochloa c.g.	100	100	100	100	100	100	100	100
Kukurydza	40	70	100	100	40	100	100	100
Pszenica	10	50	10	10	0	20	60	10

Tabela 3

Działanie przed wzejściem 5 kg/ha								
Roślina	Związek o nr kodowym (% uszkodzeń)							
	2 E	2 L	2 N	2 R	2 W	2 Y	1	2Z-83
Amaran. retrofl.	100	100	—	100	100	100	100	100
Capsella b.p.	100	90	—	100	90	100	100	100
Chenop. alb.	100	100	—	100	30	100	100	100
Galium aparine	90	100	—	30	10	80	100	100
Senecio vulg.	70	100	—	20	0	60	60	100
Stellaria media	90	100	—	60	10	90	90	100
Lucerna	80	100	—	80	20	30	70	100
Fasola	40	80	—	30	10	40	40	100
Marchew	20	40	—	0	0	30	40	100
Bawełna	10	30	—	10	0	0	0	0
Len	100	100	—	100	40	100	100	100
Ziemniaki	40	80	—	0	0	0	40	70
Soja	40	90	—	20	10	70	40	100
Burak cukrowy	100	100	—	10	0	80	50	100
Rzepak	100	100	—	80	40	100	100	100
Słonecznik	0	20	—	0	0	10	10	70
Agropyron repens	70	80	—	20	0	60	60	90
Agrostis alba	90	100	—	70	80	90	100	100
Alopec. myos.	90	100	—	90	70	90	90	100
Apera sp. venti.	100	100	—	100	60	100	100	100
Avena fatua	100	100	—	70	20	90	90	100
Echinochloa c.g.	80	100	—	70	40	90	90	90
Kukurydza	70	80	—	70	70	70	90	90
Pszenica	90	90	—	30	30	40	70	100

— nie traktowane

40

Przykład VIII. Traktowanie przed wzejściem selektywne działanie w uprawach bawełny. Nasienniki (długość 15 cm, szerokość 13 cm, głębokość 7 cm) napełnia się glebą piaszczystą zawierającą około 1% podłoża organicznego i wysiewa testowane nasiona. Następnie nasiona pokrywa się cienką warstwą (około 0,2—0,5 cm) piasku, zwilża, a następnie spryskuje wodną testowaną cieczą do opryskiwania o różnych stężeniach, przy czym

ilość stosowanej cieczy do opryskiwania odpowiada dawce 600 litrów cieczy na hektar.

W następującej tabeli 6 podana jest aktywność chwastobójcza w zależności od dawki środka. Podana wartość aktywności chwastobójczej jest średnią z 3 testów i oceniana jest po upływie 28 dni po traktowaniu przez wizualne określenie stopnia i jakości uszkodzeń różnych roślin.

Tabela 6
Uszkodzenia w %

Nr kodowy związku	Ilość substancji czynnej kg/ha	CD	CS	Am	Ab	Ga	Ec	Di	So	Le
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	0.15	0	0	97	47	40	100	100	100	100
	0.3	10	10	100	67	57	100	100	100	100
	0.6	13	13	100	83	70	100	100	100	100
2E	0.15	0	0	100	47	47	90	93	90	97
	0.3	0	0	100	67	60	100	97	97	100
	0.6	10	10	100	87	77	100	100	97	100
2L	0.15	0	7	93	67	47	100	100	93	100
	0.3	10	10	100	90	63	100	100	97	100
	0.6	10	10	100	100	77	100	100	100	100

ciąg dalszy tabeli 6

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
2N	0.15	0	3	100	33	50	100	100	97	100
	0.3	13	13	100	73	60	100	100	97	100
	0.6	17	17	100	90	73	100	100	100	100
2Y	0.15	7	7	90	43	47	97	97	93	100
	0.3	7	7	100	63	60	100	100	97	100
	0.6	17	17	100	83	70	100	100	100	100
2Z-83	0.15	0	0	97	37	50	97	87	87	83
	0.3	0	0	100	67	63	100	100	90	100
	0.6	10	10	100	80	83	100	100	97	100
FLUOMETURON	0.15	0	0	97	40	37	87	60	83	67
	0.3	0	7	100	67	57	93	67	87	87
	0.6	0	7	100	100	77	100	90	93	100

CD = bawełna Deltapine

CS = bawełna Stoneville

Am = Amaranthus

Ab = Galium

Ec = Echinochloa

Di = Digitaria sang.

So = Sorghum hal.

Le = Leptochloa dubia.

Fluometuron: środek chwastobójczy dla bawełny (Pesticide Manual, H. Martin i inni, wydanie 5, str. 277).

Przykład IX. Traktowanie przed wzejściem — selektywne działanie w uprawach słonecznika. Nasiona testowanych roślin wysiewa się i traktuje analogicznie do przykładu VIII i wyniki ocenia po

upływie 28 dni po traktowaniu, stosując wizualną ocenę stopnia i jakości uszkodzeń różnych roślin. Wyniki zebrane są w tabeli 7 dla dawek podanych w tabeli.

Tabela 7

Uszkodzenia w %

Nr kodowy związku	Ilość sub-stancji czynnej kg/ha	SF	Am	Ch	Ga	Av	Ec	Al
1	0.6	10	100	97	37	100	100	100
	1.2	20	100	100	73	100	100	100
	2.4	23	100	97	77	100	100	100
2E	0.6	13	100	97	53	100	100	100
	1.2	23	100	97	90	100	100	100
	2.4	27	100	97	90	100	100	100
2L	0.6	33	100	90	73	100	100	100
	1.2	53	100	90	87	100	100	100
	2.4	57	100	90	90	100	100	100
2Y	0.6	13	100	97	43	100	100	100
	1.2	13	100	97	57	97	100	100
	2.4	20	100	97	83	97	100	100
TERBUTRYNE	0.6	60	100	93	83	100	100	100
	1.2	100	100	100	83	100	100	100
	2.4	97	100	100	93	100	100	100

SF = słonecznik

Ch = Chenopodium

Av = Avena fatua

Al = Alopecurus

TERBUTRYNE: selektywny środek chwastobójczy polecany dla upraw słonecznika (Pesticide Manual, wydanie 5, H. Martin i inni, str. 493).

Pozostałe skróty objaśnione są przy omawianiu tabeli 6.

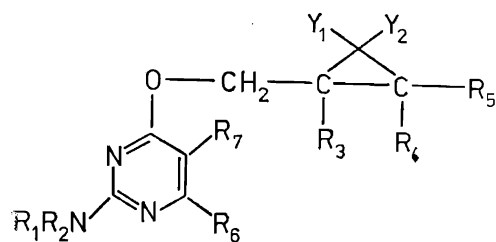
Zastrzeżenia patentowe

1. Środek chwastobójczy, zawierający substancję czynną i dopuszczalne w środkach chwastobójczych rozcieńczalniki, znamienny tym, że jako substancję czynną zawiera nowe etery 2-amino-4-pirymidynylowe o wzorze 1, w którym R_1 oznacza atom wodoru, rodnik alkilowy o 1—18 atomach węgla, rodnik alkilowy o 1—18 atomach węgla podstawiony 1—2 podstawnikami, takimi jak grupa alkoksylowa o 1—4 atomach węgla lub grupa 2-czterowodorofurylowa; rodnik alkenylowy o 1—18 atomach węgla, rodnik cykloalkilowy o 3—8 atomach węgla lub rodnik cykloalkiloalkilowy o 3—8 atomach węgla w grupie cykloalkilowej i 1—5 atomach węgla w grupie alkilowej niepodstawiony lub podstawiony 1—2 atomami chlorowca, takiego jak fluor, chlor i brom; rodnik fenyłowy niepodstawiony albo podstawiony 1—3 podstawnikami, takimi jak chlorowec, na przykład fluor, chlor i brom, rodnik alkilowy o 1—4 atomach węgla i grupa alkoksylowa o 1—4 atomach węgla, R_2 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, albo R_1 i R_2 razem tworzą łańcuch alkilenowy o 4—6 atomach węgla, Y_1 i Y_2 niezależnie od siebie oznaczają atom wodoru lub chlorowca, takiego jak fluor, chlor lub brom, R_3 , R_4 i R_5 niezależnie od siebie oznaczają atomy wodoru, rodniki alkilowe o 1—5 atomach węgla niepodstawione lub podstawione chlorowcem, takim jak fluor, chlor lub brom, R_6 oznacza rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, a R_7 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, w postaci wolnej zasady lub chwastobójczo dopuszczalnej soli addycyjnej z kwasami.

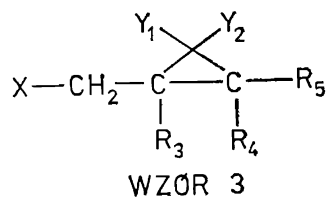
2. Środek według zastrz. 1, znamienny tym, że zawiera związek o wzorze 1a, w którym podstawniki R_1 , Y_1 , R_3 , R_4 i R_5 oznaczają odpowiednio: a) $CH(CH_3)_2$, Cl, CH_3 , H i H; b) $n-C_7H_{17}$, Cl, H, H i H; c) $CH(CH_3)_2$, Cl, H, H i H; d) $CH(CH_3)_2$, Br, H, H

i H; e) $2-C_6H_5$, Cl, H, H i H, f) $CH(CH_3)_2$, H, H, H i H w postaci wolnej zasady lub chwastobójczo dopuszczalnej soli addycyjnej z kwasami.

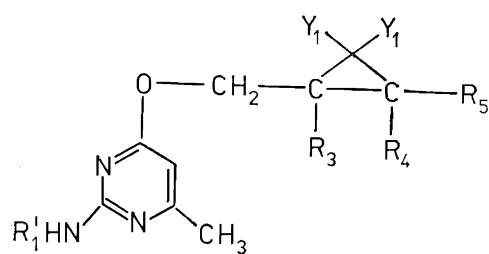
3. Sposób wytwarzania nowych eterów 2-amino-4-pirymidynylowych o wzorze 1, w którym R_1 oznacza atom wodoru, rodnik alkilowy o 1—18 atomach węgla, rodnik alkilowy o 1—18 atomach węgla podstawiony 1—2 podstawnikami, takimi jak grupa alkoksylowa o 1—4 atomach węgla lub grupa 2-czterowodorofurylowa; rodnik alkenylowy o 1—18 atomach węgla, rodnik cykloalkilowy o 3—8 atomach węgla lub rodnik cykloalkiloalkilowy o 3—8 atomach węgla w grupie cykloalkilowej i 1—5 atomach węgla w grupie alkilowej niepodstawiony lub podstawiony 1—2 atomami chlorowca, takiego jak fluor, chlor i brom; rodnik fenyłowy niepodstawiony albo podstawiony 1—3 podstawnikami, takimi jak chlorowec, na przykład fluor, chlor i brom, rodnik alkilowy o 1—4 atomach węgla i grupa alkoksylowa o 1—4 atomach węgla, R_2 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, albo R_1 i R_2 razem tworzą łańcuch alkilenowy o 4—6 atomach węgla, Y_1 i Y_2 niezależnie od siebie oznaczają atom wodoru lub chlorowca, takiego jak fluor, chlor lub brom, R_3 , R_4 i R_5 niezależnie od siebie oznaczają atomy wodoru, rodniki alkilowe o 1—5 atomach węgla niepodstawione lub podstawione chlorowcem, takim jak fluor, chlor lub brom, R_6 oznacza rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, a R_7 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy o 1—5 atomach węgla, w postaci wolnej zasady lub soli addycyjnej z kwasami, znamienny tym, że związek o wzorze 2, w którym M oznacza atom wodoru lub metalu alkalicznego, a R_1 , R_2 , R_4 i R_7 mają znaczenie wyżej podane, podaje się 0-alkilowaniu za pomocą związku o wzorze 3, w którym X oznacza grupę odszczepialną w warunkach reakcji, a Y_1 , Y_2 , R_3 , R_4 i R_5 mają znaczenie wyżej podane.



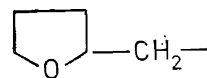
WZOR 1



WZOR 3



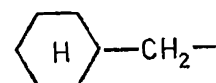
WZOR 1a



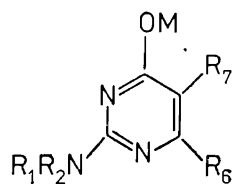
WZOR 4



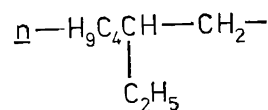
WZOR 5



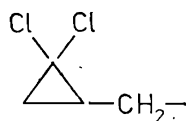
WZOR 6



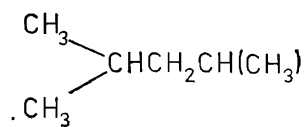
WZOR 2



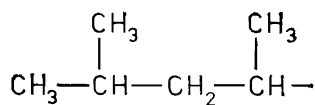
WZOR 7



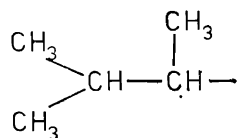
WZOR 8



WZOR 9



WZOR 10



WZOR 11