



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 803844

(61) Дополнительный к патенту -

(22) Заявлено 28.06.76(21) 2376123/05

(23) Приоритет - (32) 30.06.75

(31) 27482/75 (33) Великобритания

Опубликовано 07.02.81, Бюллетень № 5

Дата опубликования описания 09.02.81

(51) М. Кл.³

A 01 N 37/22
C 07 C 101/48

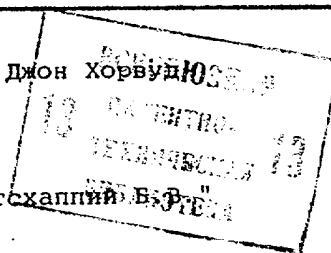
(53) УДК 632.954
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Эрнест Хаддок и Уильям Джон Хорвуд
(Великобритания)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
"Шелл Интернэшнл Рисерч Маатсхаппинг"
(Нидерланды)



(54) ГЕРБИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ

Изобретение относится к химическим средствам защиты растений, а именно к гербицидной композиции на основе производных N,N-дизамещенного аланина.

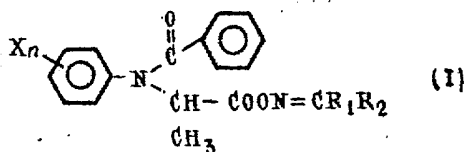
Уже известна гербицидная композиция, действующим началом которой являются алкиловые эфиры N-бензоил-N-фенил-2-аминопропионовой кислоты [1].

Известен также гербицид на основе этил-N-бензоил-N-(3,4-дихлорфенил)-2-аминопропионата [2].

Однако известные гербициды проявляют недостаточную гербицидную активность.

Цель изобретения - изыскание новых гербицидных композиций, обладающих высокой гербицидной активностью.

Указанная цель достигается использованием гербицидной композиции, активным веществом которой является производное N,N-дизамещенного аланина общей формулы



где X - фтор, хлор;

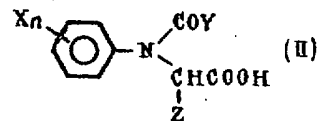
R₁ - метилацетил, метиламинокарбонил, диэтиламинокарбонил;

R₂ - ацетил, пропионил, этокси-карбонил, фениламинокарбонил, дихлорфениламинокарбонил;

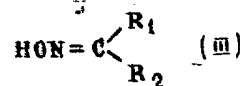
n = 2, и добавки.

Содержание активного вещества в композиции от 0,5 до 95 вес.%, остальное - добавка.

Предложенные соединения получают реакцией конденсации соединения формулы



с соединением формулы



где X, Y, Z, n, R₁ и R₂ имеют указанные выше значения.

Таким образом, получают следующие 30 соединения формулы 1.

Пример 1. Получение пропионилоксимного эфира N-бензоил-N-(3-хлор-5-фторфенил)-аланина.

N-Бензоил-N-(3-хлор-4-фторфенил)-аланин (6,4 г, 0,02 моль) растворяют в метиленхлориде (60 мл), содержащем 2,3-пентандио-2-моноксим (2,3 г, 0,02 моль). Реакционную смесь перемешивают во время добавления с 4,4 г дициклогексилкарбодиимида в метиленхлориде (40 мл). Течение реакции прослеживают тонкослойной хроматографией (кремниевые пластинки), элюентом слу-

жит метиленхлорид. Реакцию заканчивают за 8 ч, N,N-дициклогексилмочевину отфильтровывают. После выпаривания остаток кристаллизуют из смеси этилацетата и петролейного эфира (60-80°C) и получают целевой продукт с т.пл. 159-161°C, выход 21%.

Вычислено для $C_{21}H_{20}N_2O_4FCI$, %:
C 60,2; H 4,8; N 6,7.

Найдено, %: C 59,9; H 5,0; N 6,7.

Аналогично получают соединения, приведенные в табл. 1.

Т а б л и ц а 1
Соединения общей формулы I

Номер примера	X	Y	R ₁	R ₂	Температура плавления, °C
2	F	Cl	$\begin{array}{c} \text{CN(Et)}_2 \\ \\ \text{O} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C-CH}_3 \\ \\ \text{O} \end{array}$	134-136
3	F	Cl	$\begin{array}{c} \text{C-CH}_3 \\ \\ \text{O} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C-O-C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{O} \end{array}$ Смола	
4	F	Cl	$\begin{array}{c} \text{C-CH}_3 \\ \\ \text{O} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C-NH} \\ \quad \\ \text{O} \quad \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	154-155
5	F	Cl	$\begin{array}{c} \text{C-CH}_3 \\ \\ \text{O} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C-NH} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4\text{Cl} \end{array}$	165-166
6	F	Cl	$\begin{array}{c} \text{C-NH} \\ \quad \\ \text{O} \quad \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C-CH}_3 \\ \\ \text{O} \end{array}$	172-174

Формы применения средств обычные - смачивающиеся порошки, дусты, гранулы, растворы, концентраты. Их готовят методами - общими при изготовлении препаративных форм пестицидов.

Испытание гербицидного действия.

Для оценки гербицидного действия соединений по изобретению их испытывают на отдельных представителях растений: маис Zea Mays (Mz); овес, Avena Sativa (O); райграсс Lolium perenne (R); ежовник Echinochloa crusgalli (BG); горох Pisum sativum (P); льняное семя Linum usitatissimum (L); горчица Sinapis alba (M); сахарная свекла Beta vulgaris (SB) и помидоры Solanum Lycopersicum (T).

Ведут испытания двух категорий: предвсходовые и послевсходовые. В предвсходовых испытаниях ведут обрызгивание почвы, в которую недавно посадили семена указанных растений, жидкими препаратами испытуемых соединений. Послевсходовые испытания ведут двумя способами, т.е. поливкой почвы и обрызгиванием листьев.

В опытах по поливу почвы, в которой посажены саженцы указанных выше растений, почву поливают жидким препаратом, в котором содержится соединение по изобретению, в опытах по обрызгиванию листьев растения обрызгивают этим препаратом.

В опытах применяют почву, представляющую собой стерилизованную паром модифицированную компостную смесь Джона Иннеса, в которой половина торфа заменена вермикулитом.

Препараты, применявшиеся в этих опытах, готовят разбавлением водой растворов соединений в ацетоне, содержащих 0,4% по весу продукта конденсации алкилфенола и окиси этилена (триторн X-155). В опытах по обрызгиванию почвы и листьев ацетоновый раствор разбавляют равным объемом воды и полученный препарат наносят в количестве 5 и 10 кг активного вещества на 1 га соответственно, что эквивалентно объему 400 л на 1 га.

В опытах по поливу почвы 1 об. ацетонового раствора разбавляют до 155 об. водой и полученный препарат применяют

с расходом 10 кг/га активного вещества с объемным эквивалентом около 3000 л/га.

Гербицидное действие соединений оценивают визуально через 7 дней после обрызгивания листьев и полива почвы и через 11 дней после обрызгивания почвы по шкале 0-9: оценка 0 означает, что нет никакого действия на обрабатываемое растение, оценка 2 ука-

зывает на снижение веса свежего стебля и листьев растений приблизительно на 25%, оценка 5 означает снижение приблизительно на 55%, оценка 9 означает снижение на 95% и т.д.

В качестве сравнения используют соединения, описанные в патенте США № 3761508.

Результаты опытов приведены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Соединение из при-мера	Расход, кг./га	Гербицидное действие, балл																									
		Послевсходовая обработка												Предвсходовая обработка семян растений													
		полив почвы, в которую внесены растения												обрызгивание листьев растений													
		Mz	O	R	BG	P	L	M	SB	T	Mz	O	R	BG	P	L	M	SB	T	Mz	O	R	BG	P	L	M	SB
1	10	0	4	5	1	5	7	6	2	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4	7	6	0	7	7	6	0	2	0	7	7	0	3	7	7	3
	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0	7	3	0	7	6	2	-	1	-	1	3	-	2	2	3	0
	10	2	6	6	0	2	0	0	0	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
2	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	6	7	3	1	4	3	0	1	1	4	7	6	3	7	4	0
	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	6	6	2	1	2	2	-	0	0	0	4	1	0	6	3	-
	10	3	5	7	0	5	6	5	3	4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
3	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	7	6	7	6	7	7	5	5	4	2	5	7	5	6	7	8	6
	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0	6	5	0	3	5	2	0	2	0	6	2	0	0	3	5	0
	10	0	6	5	0	4	6	6	0	3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
4	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6	6	7	4	4	6	4	2	2	1	4	7	2	3	7	8	4
	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2	5	1	0	2	0	1	0	1	0	0	2	0	1	5	4	1
	10	0	4	3	0	2	3	4	0	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
5	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	6	6	6	4	7	3	2	1	0	2	6	2	2	4	6	2
	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0	5	2	0	2	4	1	0	0	0	2	0	0	1	1	0	
	10	0	0	0	0	2	6	5	0	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
6	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	7	6	2	7	6	5	0	1	0	5	7	2	2	6	7	2
	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0	7	6	0	7	6	4	0	0	2	0	0	0	5	3	0	

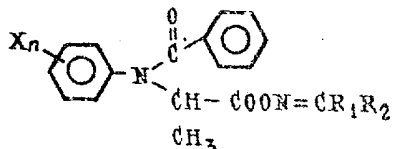
Продолжение табл. 2

Соединение из при-мера	Рас-ход кг/га	Гербицидное действие, балл																								Предвсхождовая обработка семян растений					
		Послевсхождовая обработка												Обрызгивание листьев растений																	
		Полив почвы, в которую внесены растения																													
		Mz	O	R	BG	P	L	M	SB	T	Mz	O	R	BG	P	L	M	SB	T	Mz	O	R	BG	P	L	M	SB				
N-Бен-зоил-N-(3,4-дихлор-фенил)-аланин	10	0	5	0	-	0	0	0	0	-	0	4	0	-	0	2	2	2	-	0	6	0	-	0	3	1	0				
Этиловый эфир	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4	-	-	-	0	0	0	0	-	-	2	-	-	0	0	-					
N-Бен-зоил-N-(4-фтор-фенил)-аланин	10	0	5	0	-	0	0	0	0	-	0	5	4	-	0	6	7	8	-	0	8	0	-	5	5	6	3				
Этиловый эфир	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	0	-	-	0	2	0	-	-	4	-	-	0	0	0					
N-Бен-зоил-N-(3-хлор-4-фтор-фенил)-аланин	10	0	4	0	-	0	2	0	-	-	0	4	1	-	-	7	9	6	-	0	8	0	-	0	0	6	4				
Этиловый эфир	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4	0	-	-	0	2	1	-	-	7	-	-	-	-	0	0				

Таким образом, предложенные соединения обладают хорошей гербицидной активностью.

Формула изобретения

Гербицидная композиция, содержащая производные N,N-дизамещенного аланина как активное вещество и добавку, выбранную из группы: твердый носитель, растворитель, поверхностно-активный агент, отличающаяся тем, что, с целью усиления гербицидной активности, она содержит в качестве производного N,N-дизамещенного аланина соединение общей формулы



где X - фтор, хлор;

R₁ - ацетил, метиламинокарбонил, метил, диэтиламинокарбонил;

R₂ - ацетил, пропионил, этокси-карбонил, фениламинокарбонил, дихлорфениламинокарбонил;

5

n = 2,

причем содержание активного вещества в композиции от 0,5 до 95 вес.%, остальное добавка.

10

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент Великобритании № 1164160, кл. С 2 С, опублик. 1970.

15

2. Патент США № 3761508, кл. 260-471, опублик. 1973 (прототип).

Составитель Т. Тимофеева

Редактор Л. Ушакова

Техред Е. Гавриленко

Корректор М. Демчик

Заказ 10645/71

Тираж 711

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4