



Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 45I,9/20

Zgłoszono: 13.II.1970 (P 138 781)

Pierwszeństwo: 14.II.1969 Szwajcaria

MKP A01n 9/20

Opublikowano: 20.08.1974

Twórca wynalazku: Rupert Schneider

Właściciel patentu: Sandoz AG, Bazylea (Szwajcaria)

Środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy zawierający jako substancję biologicznie czynną jeden lub kilka związków o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 oznacza rodnik alkilowy o 2—6 atomach węgla, alkenyloowy o 3—6 atomach węgla albo cykloalkilowy, a X oznacza atom wodoru lub chlorowca, korzystnie chloru i/albo ich sole z kwasami nieorganicznymi lub organicznymi.

We włoskim opisie patentowym nr 662 501 i w szwajcarskim opisie patentowym 344 259 opisane są związki o zbliżonej strukturze wykazujące również działanie zawierające jeden lub kilka związków o wzorze ogólnym 1 i/albo ich sole jako substancje biologicznie czynne wykazują jednak znacznie większą skuteczność i selektywność chwastobójczą, aniżeli związki opisane w cytowanych opisach patentowych. Dzięki temu nowe związki stanowiące substancję czynną środka według wynalazku stanowią niewątpliwy postęp w technice zwalczania chwastów.

Związki o wzorze 1 stanowiące substancję czynną otrzymuje się w znany sposób, na przykład przez kilkugodzinne ogrzewanie odpowiednich 4-alkiloamino-, 4-alkenyloamino- albo 4-cykloalkiloamino-2,6-dwuchloropirymidyn ze stężonym, wodnym roztworem amoniaku w obojętnym w warunkach reakcji i mieszającym się z wodą rozpuszczalniku, takim jak alkohol, w autoklawie, w temperaturze około 100—180°C, korzystnie 120—160°C. Po przekrystalizowaniu produktu reakcji albo po jego destylacji pod znacznie obniżonym ciśnie-

2

niem otrzymuje się związek o wzorze ogólnym 1 w czystej postaci.

Sole związków o wzorze ogólnym 1 z kwasami nieorganicznymi albo organicznymi otrzymuje się w znany sposób poddając nowe związki o wzorze 1 reakcji z odpowiednim kwasem.

Stosowane jako substancje wyjściowe 4-alkiloamino-4-alkenyloamino- lub 4-cykloalkiloamino-2,6-dwuchloropirymidyny otrzymuje się w znany sposób w wyniku reakcji 2,4,6-trójkloropirydyny z odpowiednią aminą w środowisku obojętnego w warunkach reakcji rozpuszczalnika, w temperaturze otoczenia lub nieco podwyższonej, w ciągu od 30 minut do 2 godzin. W reakcji tej powstają również pochodne 2-alkiloamino-2-alkenyloamino- lub 2-cykloalkiloamino-4,6-dwuchloropirymidyny. Wymienione produkty uboczne oddziela się od pożądanego produktu reakcji, pochodnych 4-alkiloamino-, 4-alkenyloamino- lub 4-cykloalkiloamino-2,6-dwuchloropirymidyn za pomocą destylacji z parą wodną.

Nowe związki o wzorze 1 otrzymuje się również w wyniku kilkugodzinnej reakcji 2-amino-4,6-dwuchloropirymidyny z 2 molami odpowiedniej aminy. Reakcję tę ilustruje przedstawiony na rysunku schemat, w którym R_1 ma wyżej podane znaczenie.

Reakcję prowadzi się w alkoholu, korzystnie w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej. Po wydzieleniu produktu reakcji w znany sposób i jego przekrystalizowaniu z odpowiedniego rozpuszczalnika takie-

go jak benzen lub toluen otrzymuje się czysty związek o wzorze ogólnym 1.

Związki o wzorze ogólnym 1, w których X oznacza atom chlorowca, otrzymuje się przez chlorowcowanie odpowiedniej 2-amino-4-alkiloamino-, 2-amino-4-alkenyloamino- albo 2-amino-4-cykloalkiloamino-6-chloropirymidyny.

Środki chwastobójcze według wynalazku wykazują aktywność biologiczną w stosunku do niepożądanych roślin, szczególnie w stosunku do chwastów dwuliściennych, takich jak *Plantago lanceolata*, *Amaranthus retroflexus*, *Capella bursa-pastoris*, *Chenopodium album*, *Galium aparine*, *Stellaria media*, *Senecio vulgaris*, a także w stosunku do traw, takich jak *Echinochloa crus-galli*, *Alopecurus pratensis*, *Setaria* Sp.

Za pomocą związków o wzorze ogólnym 1 oraz ich soli addycyjnych z kwasami nieorganicznymi lub organicznymi niszczy się w sposób selektywny chwasty w uprawach roślin pożytecznych, na przykład w uprawach kukurydzy, pszenicy, ziemniaka, cebulowatych takich jak szalotka.

Środki chwastobójcze według wynalazku stosuje się w stężeniach zapewniających zniszczenie chwastów i nie uszkadzających roślin chronionych, szczególnie zaraz po wejściu roślin uprawnych i chwastów.

Nowe środki chwastobójcze działają skutecznie po zastosowaniu zarówno przed wschodem jak i po wejściu chwastów.

Nowe związki o wzorze 1 mogą być stosowane w mieszaninie z innymi środkami chwastobójczymi, rozcieńczalnikami lub nośnikami. Nowe substancje biologicznie czynne mogą być w znany sposób i za pomocą znanych aparatów wprowadzane do gleby lub też nanoszone na chwasty. Nowe związki można nanosić na rozwinięte już chwasty i można je stosować przed wejściem chwastów, w postaci znanych form użytkowych, takich jak zawiesiny, emulsje, pasty i granulaty rozcieńczone przed użyciem do odpowiedniego stężenia.

Preparaty chwastobójcze wytwarza się w znany sposób przez dokładne wymieszanie związków o wzorze ogólnym 1 i/albo ich soli z kwasami nieorganicznymi lub organicznymi z odpowiednimi nośnikami i ewentualnie obojętnymi wobec substancji biologicznie czynnej dyspergatorami albo rozpuszczalnikami i następnym zmieszaniem otrzymanej mieszaniny.

W celu otrzymania stałych form użytkowych, takich jak proszki do opylania, do rozsypywania, granulaty itd. nowe substancje biologicznie czynne miesza się ze stałymi nośnikami, takimi jak kaolin, talk, kreda, wapień, proszek celulozowy. Do otrzymanych mieszanin ewentualnie wprowadza się środki polepszające przychepność preparatu do roślin lub ich części i/albo nadające preparatowi lepsze właściwości nawilżające lub dyspergujące.

Proszki zawieszinowe wytwarza się przez dokładne wymieszanie substancji biologicznie czynnej ze sproszkowanym nośnikiem w odpowiednim stosunku wagowym, a następnie zmieszanie otrzymanej mieszaniny. Jako nośniki stosuje się na przykład wymienione wyżej substancje, stosowane do wyrobu stałych form użytkowych.

W celu otrzymania roztworu pojedynczą substancję lub kilka substancji biologicznie czynnych o wzorze

ogólnym 1 albo ich soli rozpuszcza się w odpowiednim rozpuszczalniku lub mieszaninie rozpuszczalników. Jako rozpuszczalniki stosuje się na przykład ketony, takie jak aceton; alkohole; węglowodory; chlorowane węglowodory; alkilonaftaleny lub ich mieszaniny. Dla soli związków o wzorze ogólnym 1 stosuje się rozpuszczalniki takie jak woda, niższe alkohole lub niższe ketony.

Nowe związki o wzorze ogólnym 1 i/albo ich sole z kwasami nieorganicznymi lub organicznymi można mieszać dla celów specjalnych z odpowiednimi znanymi środkami chwastobójczymi, takimi jak pochodne mocznika, nasycone lub nienasycone kwasy chlorowcotłuszczowe, chlorowcobenzylnitryle, kwasy chlorowcobenzoowe, kwasy fenoksyalkilokarboksylowe, karbaminiany, triazyny.

Preparaty chwastobójcze zawierają ogólnie 5–50% wagowych substancji biologicznie czynnej. Preparaty robocze zawierają zwykle 0,01–10% wagowych substancji biologicznie czynnej. Związki o wzorze ogólnym 1 i/albo ich sole z kwasami nieorganicznymi lub organicznymi stosuje się w dawkach 1–12 kg/ha, korzystnie 2,0–6 kg, w zależności od zastosowanego związku i pożądanego efektu chwastobójczego.

Niżej przytoczone przykłady zilustrują bliżej sposób przygotowania form użytkowych nowych środków chwastobójczych bez ograniczenia zakresu zastosowania wynalazku.

Przykład I. 10 części 2-amino-4-izopropioloamino-6-chloropirymidyny miesza się z 25 częściami eteru izooktylofenylodekaglikolowego i 65 częściami acetonu. Otrzymaną emulsję przed użyciem rozcieńcza się wodą do pożądanego stężenia.

Przykład II. Z 25 części chlorowodoru 2-amino-4-(2-izopropioloamino)-6-chloropirymidyny, 5 części produktu kondensacji formaldehydu i naftalenosulfonianu, 2 części alkilobenzenosulfonianu, 5 części dekstryny, 1 części soli amonowej kazeiny i 62 części ziemi okrzemkowej wytwarza się jednorodną mieszaninę, a następnie miele się do wielkości cząstek poniżej 45 mikronów. Otrzymany preparat przed użyciem rozcieńcza się wodą do pożądanego stężenia.

W tablicy 1 podano skuteczność chwastobójczą nowych związków o wzorze ogólnym 1 ewentualnie ich soli. Ocenę skuteczności chwastobójczej ujęto w skali 9-cio stopniowej. Liczba 1 oznacza brak aktywności chwastobójczej, a liczba 9 oznacza całkowite zniszczenie chwastów. Liczby od 2 do 8 określają proporcjonalnie zwiększający się stopień uszkodzenia chwastów. W tablicy podano wyniki uzyskane po zastosowaniu dawki 3 kg substancji biologicznie czynnej na hektar po wejściu chwastów.

Wyniki przeprowadzonych po upływie 28 dni badań zamieszczone w tablicy 1 wykazują szczególną skuteczność chwastobójczą związków stanowiących substancję czynną środka według wynalazku, a jednocześnie znaczną selektywność, co widać na przykładzie kukurydzy.

Dalsze przykłady ilustrują sposób wytwarzania nowych związków o wzorze 1 stosowanych jako substancja czynna. Temperaturę podano w stopniach Celsjusza.

Tablica 1

Substancja biologicznie czynna	Amarantus retroflexus	Capsella bursa-pastoris	Chenopodium album	Galium aparine	Stellaria media	Senecio vulgaris	Echinochloa crusgalli	Kuku-rydza
2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyna	9	9	9	7	9	9	9	1
Chlorowodorek 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny	9	9	9	9	9	9	9	1
Trójchlorooctan 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny	9	9	9	7	9	9	9	1
2-amino-4-propylamino-6-chloropirymidyna	9	9	9	5	9	9	7	1
2-amino-4-allylamino-6-chloropirymidyna	9	7	8	6	9	9	6	1
2-amino-4-izobutylamino-6-chloropirymidyna	9	9	9	6	9	9	7	1
2-amino-4-pentylamino-6-chloropirymidyna	9	9	6	9	9	9	9	1
2-amino-4-cykloheksylamino-6-chloropirymidyna	9	9	6	9	9	9	9	1
2-amino-4-n-butylamino-6-chloropirymidyna	9	9	8	7	9	9	8	1
2-amino-4-n-heksylamino-6-chloropirymidyna	9	9	9	9	9	9	9	1
2-amino-4-II-rzęd.-butylamino-6-chloropirymidyna	9	9	9	9	9	9	9	1

Przykład III. Otrzymywanie 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny.

40 g (2,18 mola) 2,4,6-trójchloropirymidyny rozpuszcza się w 2000 ml alkoholu. Do otrzymanego roztworu powoli dodaje się, mieszając i oziębiając, roztwór 280 g (4,75 mola) izopropylaminy w 200 ml etanolu, uważając aby temperatura mieszaniny reakcyjnej nie przekroczyła 30°C. Całość miesza się w temperaturze otoczenia w ciągu 60 minut, po czym odparowuje się alkohol pod obniżonym ciśnieniem wytworzonym za pomocą próżniowej pompki wodnej do momentu zakrzepnięcia mieszaniny reakcyjnej. Stałą pozostałość przemywa się wodą, a następnie destyluje się z parą wodną dopóty, dopóki w odbieralniku nie będą wydzielać się tylko ślady lotnej z parą wodną 2-izopropylamino-4,6-dwuchloropirymidyny. W kolbie pozostaje nielotna z parą wodną 4-izopropylamino-2,6-dwuchloropirymidyna, którą destyluje się pod obniżonym ciśnieniem. Jej temperatura wrzenia pod ciśnieniem 0,1 tora wynosi 124°C. Otrzymany produkt przekrystalizowany z mieszaniny wody i alkoholu topnieje w temperaturze 69–70°C.

30 g (0,15 mola) 4-izopropylamino-2,6-dwuchloropirymidyny rozpuszczonej w 100 ml alkoholu miesza się z 50 ml 23% wodnego roztworu amoniaku, po czym całość ogrzewa się w autoklawie w temperaturze 140°C w ciągu 4 godzin. Następnie odparowuje się do sucha mieszaninę reakcyjną pod obniżonym ciśnieniem, roz-

puszcza stałą pozostałość w 300 ml chloroformu i przemywa się ją 3 razy 200 ml porcjami wody. Po wysuszeniu roztworu chloroformowego nad tlenkiem glinowym i odparowaniu chloroformu otrzymuje się gęsty olej, który powoli krzepnie.

Otrzymana 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyna topnieje, po przekrystalizowaniu z mieszaniny benzenu i eteru naftowego w temperaturze 114–116°. Wyniki analizy elementarnej dla $C_7H_{11}ClN_4$ o ciężarze cząsteczkowym 186,7.

Obliczono:	C	H	N	Cl
45,1%	6,0%	30,0%	19,0%	
Oznaczono:	45,4%	6,1%	29,8%	18,8%

Przykład IV. Otrzymywanie 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny

Do roztworu 600 g (3,56 mola) 2-amino-4,6-dwuchloropirymidyny w 3000 ml alkoholu dodaje się 395 g (8,05 mola) izopropylaminy i powoli ogrzewa się, mieszając, do temperatury 80°C, w ciągu 2 godzin. Po rozpuszczeniu się wprowadzonej substancji roztwór reakcyjny utrzymuje się w stanie wrzenia pod chłodnicą zwrotną w ciągu 3 godzin. Następnie oddestylowuje się alkohol, a pozostałość rozpuszcza w rozcieńczonym

kwasicie siarkowym. Otrzymany roztwór, który musi wykazywać wyraźnie kwaśny odczyn, wytrząsa się kilkakrotnie z chloroformem. Po wydzieleniu się warstwy wodnej z mieszaniny kwaśnego roztworu i 3000 ml chloroformu, alkalizuje się ją za pomocą ługu sodowego do wartości $\text{pH} = 11$ tak, aby jej temperatura nie przekroczyła 35° , po czym wytrząsa się fazę wodną z chloroformem i oddziela warstwę chloroformową. Warstwę wodną wytrząsa się ponownie z chloroformem. Połączone roztwory chloroformowe przemywa się wodą, suszy nad bezwodnym siarczanem sodowym i odparowuje chloroform. W celu oczyszczenia otrzymanego produktu przekrystalizowuje się go w sposób opisany w przykładzie III.

Przykład V. Otrzymywanie 2-amino-4-izopropylamino-5,6-dwuchloropirymidyny

20 g (0,1 mola) 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny w 250 ml czterochloru węgla otrzy-

muje się mieszając w stanie wrzenia pod chłodnicą zwrotną. Od momentu powstania klarownego roztworu powoli wprowadza się do niego chlor gazowy dopóty, dopóki roztwór reakcyjny nie przestanie go pobierać. Po około 90 minutach oziębia się mieszaninę reakcyjną, odsącza wytrącony produkt i przemywa go czterochlorkiem węgla. Produkt po przekrystalizowaniu z dioksanu topnieje w temperaturze 193° (z rozkładem).

Wyniki analizy elementarnej dla $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{N}_4$ o ciężarze cząsteczkowym 221.

Obliczono:	C	H	Cl	N
	38,0%	4,6%	32,1%	25,3%
Oznaczono:	38,4%	4,8%	31,7%	25,1%

W taki sam sposób, jak opisano w przykładach III i IV otrzymuje się następujące związki:

Nazwa związku	Wzór sumaryczny	Ciężar cząsteczkowy	Temperatura topnienia	Wyniki analizy elementarnej			
				obliczono oznaczono w %			
				C	H	Cl	N
2-amino-4-n-heksyloamino-6-chloropirymidyna	$\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{ClN}_4$	228,7	$95-96^\circ$	52,5 53,0	7,5 7,4	15,5 15,1	24,5 23,9
2-amino-4-cykloheksyloamino-6-chloropirymidyna	$\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{ClN}_4$	225,7	$138-140^\circ$	53,2 53,5	6,3 6,4	15,7 15,4	24,8 24,6
2-amino-4-II-rzęd. butyloamino-6-chloropirymidyna	$\text{C}_8\text{H}_{13}\text{ClN}_4$	200,7	$96-97^\circ$	47,9 48,5	6,5 6,4	17,7 18,0	27,9 27,3
2-amino-4-izobutyloamino-6-chloropirymidyna	$\text{C}_8\text{H}_{13}\text{ClN}_4$	200,7	$108-109^\circ$	47,9 48,1	6,5 6,8	17,7 17,7	27,9 28,1
2-amino-4-n-pentyloamino-6-chloropirymidyna	$\text{C}_9\text{H}_{15}\text{ClN}_4$	214,7	$95-96^\circ$	50,3 49,7	7,0 7,3	16,5 16,8	26,1 26,2
2-amino-4-III-rzęd. butyloamino-6-chloropirymidyna	$\text{C}_8\text{H}_{13}\text{ClN}_4$	200,7	$141-142^\circ$	47,9 48,1	6,5 6,0	17,7 17,2	27,9 28,0

Sole związków o wzorze ogólnym 1, które również stosuje się jako substancje biologicznie czynne w środkach chwastobójczych według wynalazku, otrzymuje się w znany sposób.

Przykład VI. Otrzymywanie trójklorooctanu 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 18,6 g (0,1 mola) 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając 18 g (0,11 mola) kwasu trójklorooctowego. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem, a otrzymaną stałą, bezbarwną pozostałość przekrystalizowuje się z alkoholu. Otrzymany trójklorooctan topnieje w temperaturze $150-152^\circ$.

Wyniki analizy elementarnej dla $\text{C}_7\text{H}_{11}\text{ClN}_4 \cdot \text{HO}_2\text{CCCl}_3$ o ciężarze cząsteczkowym 350.

Obliczono:	C	H	Cl	N
	30,9%	3,5%	40,5%	16,0%
Oznaczono:	31,0%	3,5%	39,6%	16,6%

Przykład VII. Otrzymywanie chlorowodorku 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 18,6 g (0,1 mola) 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając 11 g (0,11 mola) 36% kwasu solnego. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem, a stałą, bezbarwną pozostałość przekrystalizowuje się z alkoholu. Otrzymany chlorowodorek topnieje w temperaturze $235-236^\circ$.

Wyniki analizy elementarnej dla $\text{C}_7\text{H}_{11}\text{ClN}_4 \cdot \text{HCl}$ o ciężarze cząsteczkowym 223.

Obliczono:	C	H	Cl	N
	37,7%	5,4%	31,7%	25,0%
Oznaczono:	37,7%	5,4%	31,8%	25,1%

Przykład VIII. Otrzymywanie metanosulfonianu 2-amino-4-II-rzęd. butyloamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 20,0 g (0,1 mola) 2-amino-4-II-rzęd. butyloamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając, 10,5 g (0,11 mola) metanosulfonianu. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem. Otrzymana stała, bardzo

higroskopijna, bezbarwna pozostałość topnieje w temperaturze 116—118°.

Wyniki analizy elementarnej dla $C_8H_{13}ClN_4 \cdot CH_3SO_3H$ o ciężarze cząsteczkowym 296,5.

Obliczono:	C	H	Cl	N	S
	36,5%	5,7%	11,9%	18,9%	10,8%
Oznaczono:	36,8%	5,4%	12,0%	19,3%	10,3%

Przykład IX. Otrzymywanie wodorosiarczuanu 2-amino-4-II-rzęd.-butyloamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 20,0 g (0,1 mola) 2-amino-4-II-rzęd. butyloamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając 10,8 g (0,11 mola) kwasu siarkowego. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem. Otrzymana stała, bardzo higroskopijna, bezbarwna pozostałość topnieje w temperaturze 95—105°.

Wyniki analizy elementarnej dla $C_{18}H_{13}ClN_4 \cdot H_2SO_4$ o ciężarze cząsteczkowym 298,5.

Obliczono:	C	H	Cl	N	S
	32,9%	5,0%	11,9%	18,8%	10,7%
Oznaczono:	32,5%	4,8%	12,0%	19,0%	10,7%

Przykład X. Otrzymywanie fosforanu 2-amino-4-II-rzęd.-butyloamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 20,0 g (0,1 mola) 2-amino-4-II-rzęd. butyloamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając 10,8 g (0,11 mola) kwasu fosforowego. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem, a stałą, bezbarwną pozostałość przekrystalizowuje się z mieszaniny alkoholu i acetonitrylu. Otrzymany produkt topnieje w temperaturze 176°.

Wyniki analizy elementarnej dla $C_8H_{13}ClN_4 \cdot H_3PO_4$ o ciężarze cząsteczkowym 298,5.

Obliczono:	C	H	Cl	N	P
	32,9%	5,3%	11,9%	18,8%	10,4%
Oznaczono:	32,1%	5,2%	11,8%	18,2%	10,4%

Przykład XI. Otrzymywanie chlorowodoru 2-amino-4-izobutyloamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 20,0 g (0,1 mola) 2-amino-4-izobutyloamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając 11 g (0,11 mola) 36,5% kwasu solnego. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem, a stałą bezbarwną pozostałość przekrystalizowuje się z mieszaniny alkoholu i acetonitrylu. Otrzymany produkt topnieje w temperaturze 241°.

Wyniki analizy elementarnej dla $C_8H_{13}ClN_4 \cdot HCl$ o ciężarze cząsteczkowym 237.

Obliczono:	C	H	Cl	N
	40,5%	5,9%	30,0%	23,6%
Oznaczono:	40,7%	6,3%	29,8%	23,0%

Przykład XII. Otrzymywanie trójchlorooctanu 2-amino-4-izobutyloamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 20,0 g (0,1 mola) 2-amino-4-izobutyloamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając 18 g (0,11 mola) kwasu trójchlorooctowego. Mieszaninę odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem, a stałą, bezbarwną pozostałość przekrystalizowuje się z mieszaniny alkoholu i acetonitrylu. Otrzymany produkt topnieje w temperaturze 149°.

Wyniki analizy elementarnej dla $C_8H_{13}ClN_4 \cdot CCl_3COOH$ o ciężarze cząsteczkowym 364.

Obliczono:	C	H	Cl	N
	33,0%	3,8%	39,0%	15,4%
Oznaczono:	33,1%	4,1%	39,0%	15,1%

Przykład XIII. Otrzymywanie trójchlorooctanu 2-amino-4-n-butyloamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 20,0 g (0,1 mola) 2-amino-4-n-butyloamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się oziębiając 18 g (0,11 mola) kwasu trójchlorooctowego. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem, a stałą bezbarwną pozostałość przekrystalizowuje się z mieszaniny alkoholu i acetonitrylu. Otrzymany produkt topnieje w temperaturze 137°.

Wyniki analizy elementarnej dla $C_8H_{13}ClN_4 \cdot CCl_3COOH$ o ciężarze cząsteczkowym 364.

Obliczono:	C	H	Cl	N
	33,0%	3,8%	39,0%	15,4%
Oznaczono:	33,0%	3,8%	39,0%	15,4%

Przykład XIV. Otrzymywanie bromowodoru 2-amino-4-n-butyloamino-6-chloropirymidyny.

Do roztworu 20,0 g (0,1 mola) 2-amino-4-n-butyloamino-6-chloropirymidyny w 100 ml alkoholu dodaje się, oziębiając, 14,1 g (0,11 mola) 63% kwasu bromowodorowego. Mieszaninę reakcyjną odparowuje się do sucha pod obniżonym ciśnieniem, a stałą bezbarwną pozostałość przekrystalizowuje się z mieszaniny alkoholu i acetonitrylu. Otrzymany produkt topnieje w temperaturze 233°. Wyniki analizy elementarnej dla $C_8H_{13}ClN_4 \cdot HBr$ o ciężarze cząsteczkowym 281,5.

Obliczono:	C	H	N
	34,2%	5,0%	19,9%
Oznaczono:	34,5%	4,9%	19,1%

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek chwastobójczy, znamienny tym, że zawiera jako substancję biologicznie czynną co najmniej jeden związek o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 oznacza rodnik alkilowy o 2—6 atomach węgla, alkenylowy o 3—6 atomach węgla albo cykloalkilowy, a X oznacza atom wodoru albo chlorowca, i/albo sól związku o wzorze ogólnym 1 z kwasem nieorganicznym lub organicznym oraz ewentualnie stały albo ciekły nośnik, jak też ewentualnie inny środek chwastobójczy.

11

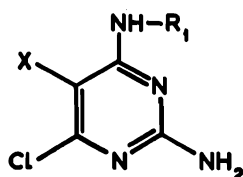
2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję biologicznie czynną zawiera 2-amino-4-izopropylamino-6-chloropirymidynę i/albo jej sól z kwasem nieorganicznym lub organicznym.

3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję biologicznie czynną zawiera 2-amino-4-II-rzęd.-butyloamino-6-chloropirymidynę i/albo jej sól z kwasem nieorganicznym lub organicznym.

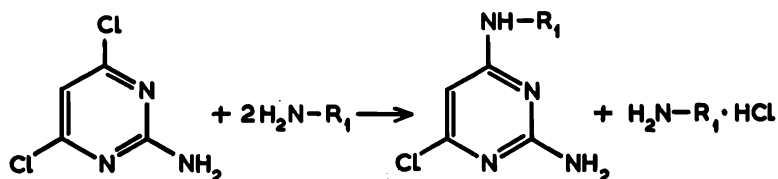
12

4. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję biologicznie czynną zawiera 2-amino-4-izopropylamino-5,6-dwuchloropirymidynę i/albo jej sól z kwasem nieorganicznym lub organicznym.

5. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję biologicznie czynną zawiera 2-amino-4-n-butyloamino-6-chloropirymidynę i/albo jej sól z kwasem nieorganicznym lub organicznym.



WZÓR 1



SCHEMAT

ERRATA

Na stronie 1 w łamie 1 w wierszu 11 od góry

jest: o zbliżonej strukturze wykazujące również działanie
powinno być: o zbliżonej strukturze wykazujące również działanie
 chwastobójcze. Środki chwastobójcze