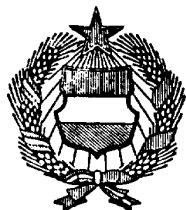


(19) HU

MAGYAR  
NÉPKÖZTÁRSASÁGORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATALSZABADALMI  
LEÍRÁS

B

A bejelentés napja: (22) 83. 01. 10.

(21) 72/83

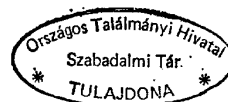
A bejelentés elsőbbsége: (33) CH 82. 01. 11. (124/82-4)  
 (32) 82. 09. 02. (5224/82-0)  
 (31)

A közzététel napja: (41) (42) 1984. 05. 28.

Megjelent: (45) 1988. 04. 29.

(11) 189 212

Nemzetközi  
osztályjelzet:  
(51) NSZO,  
A 01N 43/54;  
C 07 D 239/47



Feltaláló(k): (72)

MEYER Willy, vegyész, Riehen, GASS Karl, technikus, Magden,  
 dr. TÖPFL Werner, vegyész, Dornach, dr. SCHURTER Rolf, vegyész,  
 Binningen, CH, dr. PISSIOTAS Georg, vegyész, Lörrach, DE

Szabadalmaz: (73)

Ciba-Geigy AG., Basel, CH

(54) HERBICID ÉS NÖVÉNYI NÖVEKEDÉST SZABÁLYOZÓ KÉSZÍTMÉNYEK ÉS ELJÁRÁS AZ  
 EZEK HATÓANYAGÁUL IS ALKALMAZHATÓ  
 1-(ARIL-SZULFONIL)-3-PIRIMIDINIL-KARBAMID-SZÁRMAZÉKOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

## (57) KIVONAT

A találmány tárgya eljárás az I általános képletű – ahol A jelentése 1–6 szénatomos alkilcsoport, amely hidroxilcsoporttal helyettesített is lehet, B jelentése egyes vagy kettős kötés.

Karboxamid-származékok előállítására, oly módon, hogy a II általános képletű – azol A és B jelentése a fenti – III általános képletű diamino-alkánal reagáltatjuk, és az így kapott terméket kívánt esetben redukáljuk.

Az 1-(aril-szulfonil)-3-pirimidinil-karbamid-származékok az (I) általános képlettel jellemezhetők, ebben a képletben

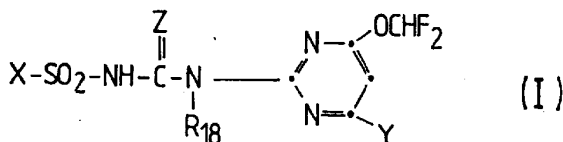
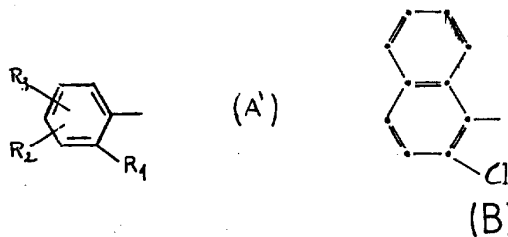
X jelentése (A') általános képletű csoport vagy (B) képletű csoport,

Y jelentése 1–3 szénatomos alkil-, 1–3 szénatomos halogén-alkil-, 1–3 szénatomos alkoxi-, 1–3 szénatomos halogén-alkoxi-, 1–3 szénatomos alkiltio-csoport, halogénatom vagy  $\text{N}(\text{CH}_3)_2$  képletű csoport,

Z oxigénatom,

$\text{R}_1$  hidrogén- vagy halogénatom, nitro-, 1–4 szénatomos halogén-alkil-, 1–4 szénatomos alkil-, 1–4 szénatomos alkoxycsoport, amino-, 1–4 szénatomos alkiltio-, 1–4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport,  $\text{—SO}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$  képletű csoport, benzil-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-, 1–3 halogénatommal helyettesített 1–4 szénatomos alkoxi-szulfonil-csoport vagy adott esetben 1–3 halogénatommal vagy egy 1–3 szénatomos alkoxycsoporttal helyettesített (1–5 szénatomos alkoxi)-karbonil-csoport,

$\text{R}_2$  hidrogénatom, fluor-, klóratom, nitro-, metil- vagy metoxycsoport,



$R_3$  jelentése hidrogén- vagy klóratom,  
 $R_{18}$  hidrogénatom vagy 1–3 szénatomos alkil-csoport.

A találmány tárgya hatóanyagként 1-(aril-szulfonil)-3-pirimidinil-karbamid-származékokat tartalmazó herbicid és növényi növekedést szabályozó készítmény, valamint eljárás a hatóanyagok előállítására. A hatóanyagként alkalmazott N-(aril-szulfonil)-N'-pirimidinil-karbamid-származékok az (I) általános képlettel jellemezhetők. A képletben

X jelentése (A') általános képletű (B) képletű csoport,

Y 1–3 szénatomos alkil-, 1–3 szénatomos halogén-alkil-, 1–3 szénatomos alkoxi-, 1–3 szénatomos halogén-alkoxi-, 1–3 szénatomos alkil-tio-csoport, halogénatom, vagy di(1–4 szénatomos alkil)-amino-csoport,

Z oxigénatom,

$R_1$  hidrogénatom, halogénatom, nitro-, 1–4 szénatomos halogén-alkil-, 1–4 szénatomos alkil-, 1–4 szénatomos alkoxi-, amino-, 1–4 szénatomos alkil-tio-, dimetil-szulfamoil-, adott esetben halogénatommal helyettesített (1–5 szénatomos alkoxi)-karbonil-, benzil-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-, 1–3 halogénatommal helyettesített 1–4 szénatomos alkoxi-szulfonil-csoport vagy adott esetben 1–3 szénatomos alkoxicsoporthal helyettesített (1–5 szénatomos alkoxi)-karbonil-csoport vagy 1–4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport

$R_2$  hidrogén-, fluor-, klóratom, nitro-, metil- vagy metoxicsoporth,

$R_3$  hidrogén- vagy klóratom,

$R_{18}$  hidrogénatom vagy 1–3 szénatomos alkil-csoport.

Hatóanyagként karbamid-vegyületeket, triazin-vegyületeket és pirimidin-vegyületeket tartalmazó herbicid készítmények általánosan ismertek. A 9419. és 30 141. számú közzétett európai szabadalmi bejelentés röviden hatóanyagként aril-szulfamoil-, heterociklik-, amino-karbamoil-vegyületeket tartalmazó herbicid és növényi növekedést szabályozó készítményeket is ismert.

A fenti definíciókban alkilcsoport alatt egyenes és elágazó szénláncú alkilcsoport egyaránt értendő; előnyös képviselők a metil-, etil-, n-propil-, izopropil- vagy a négy izomer butilcsoport.

Alkoxicsoporthként előnyös a metoxi-, etoxi-, n-propil-oxi-, izopropil-oxi-csoport, a 4 izomer butil-oxi-csoport, az n-amil-oxi-, 2-amil-oxi- vagy 3-amil-oxi-csoport, főként azonban a metoxi-, etoxi- vagy izopropoxi-csoport.

Alkil-tio-csoport előnyös képviselői a metil-tio-, etil-tio-, n-propil-tio-, izopropil-tio-, n-butil-tio-csoport, főleg azonban a metil-tio- és etil-tio-csoport.

Alkenilcsoportként előnyös a vinil-, allil-, izopropenil-, 1-propenil-, 1-butenil-, 2-butenil-, 3-butenil-, 1-izobutenil-, 2-izobutenil-, 1-pentenil-, 2-pentenil-, 3-pentenil- és 4-pentenil-csoport, főleg a vinil-, allil- és 4-pentenil-csoport.

Alkil-szulfonil-csoport előnyös képviselői a metil-szulfonil-, etil-szulfonil- vagy n-propil-szulfonil-

csoport, főleg a metil-szulfonil- és etil-szulfonil-csoport.

Halogénatom és a halogén-alkil-csoportban előforduló halogénatom a fluor-, klór- és brómatom, előnyösen a fluor- és klóratom.

Alkinilcsoport előnyös képviselői a propargil-, 2-butenil-, 3-butenil- valamint az izomer pentinil-csoportok, előnyösen azonban a propargil- vagy 2- vagy 3-butenil-csoport.

Előnyös hatóanyagok azok az (I) általános képletű vegyületek, mely képletben

X jelentése (A) általános képletű vagy (B) képletű csoport,

Y jelentése metil-, etil-, metoxi-, etoxi-, difluor-metoxi-, dimetil-amino-csoport,

Z jelentése oxigénatom,

$R_1$  jelentése hidrogén-, fluor-, klór-, bróm- vagy jódatom, nitro- vagy trifluor-metil-csoport, 1–4 szénatomos alkil-, 1–4 szénatomos alkoxicsoporth, aminocsoport, 1–4 szénatomos alkil-tio-csoport,  $-\text{SO}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ -csoport, adott esetben halogénatommal helyettesített (1–5 szénatomos alkoxil-karbonil-, benzil-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-, 1–4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport, 1–3 halogénatommal helyettesített 1–4 szénatomos alkoxi-szulfonil-csoport vagy adott esetben 1–3 szénatomos alkoxicsoporthal helyettesített (1–5 szénatomos alkoxi-karbonil-csoport,

$R_2$  jelentése hidrogén-, fluor-, klóratom, nitro-, metil- vagy metoxicsoporth, és

$R_3$  jelentése hidrogén-, klóratom,

$R_{18}$  jelentése hidrogénatom.

Az (I) általános képletű hatóanyagok közül különösen előnyösek azok, ahol a képletben

a) X egy (A) általános képletű csoport, ahol  $R_1$  és  $R_2$  jelentése a fentiekben megadott,

b) Y jelentése legfeljebb 2 szénatomos alkil- vagy alkoxicsoporth, difluor-metoxi-csoport,

c)  $R_3$  jelentése hidrogénatom, és

d)  $R_{18}$  jelentése hidrogénatom vagy metilcsoport.

Különösen előnyösek hatóanyagként azok az (I) általános képletű vegyületek, melyekben

X egy (A) általános képletű csoport, ahol  $R_1$  és  $R_2$  jelentése a fentiekben megadott,

Y jelentése legfeljebb 2 szénatomos alkil- vagy alkoxicsoporth, difluor-metoxi-csoport,

$R_3$  és  $R_{18}$  hidrogénatomot jelent.

Ezen a csoporton belül különösen előnyösek azok a hatóanyagok, melyekben  $R_2$  jelentése hidrogénatom.

Különösen előnyösen alkalmazhatók hatóanyagként az alábbi vegyületek:

N-(2-klór-fenil-szulfonil)-N'-[4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamid,

N-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-N'-

-[4-(difluor-metoxi)-6-metoxi-pirimidin-2-il]-karbamid,

N-(2-nitro-fenil-szulfonil)-N'-[4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamid,

N-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-N'-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamid, és az

N-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-N'-(4-difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamid.

Az (I) általános képletű vegyületek előállítására inert, szerves oldószerben történik.

A találmány szerinti egyik eljárás szerint úgy jutunk az (I) általános képletű vegyületekhez, ahol X, Y, Z jelentése a fenti és R<sub>18</sub> jelentése hidrogénatom vagy 1-3 szénatomos alkilcsoport, hogy egy (IV) általános képletű aril-szulfonil-izocianátot a képletben X és Z a fent megadott, adott esetben valamely bázis jelenlétében egy (V) általános képletű amino-pirimidinnel reagáltatunk, ahol a képletben R<sub>18</sub> és Y a fent megadott.

Egy további eljárás szerint az (I) általános képletű vegyületeket, ahol a képletben R<sub>18</sub> jelentése hidrogénatom, és X, Y, és Z jelentése a fenti, úgy állítjuk elő, hogy egy (II) általános képletű aril-szulfonamidot ahol X jelentése a fenti, adott esetben bázis jelenlétében valamely (VI) általános képletű izocianáttal reagáltatunk, ahol a képletben Y és Z a fent megadott.

Az (I) általános képletű vegyületeket előnyösen aprotikus, inert, szerves oldószerekben, például metilén-kloridban, tetrahidrofuranban, acetonitrilben, dioxánban vagy toluolban állítjuk elő.

A reakció hőmérséklete előnyösen -20 és +120 °C között van. A reakciók általában enyhén exotermek, és szobahőmérsékleten végrehajthatók. A reakcióidő csökkentésére, illetve a reakció megindítására és teljessé tételére szükség szerint a reakcióelegyet forráspontjáig melegíthetjük. A reakcióidő ugyancsak csökkenthető néhány csepp bázis vagy izocianát katalizátorként történő hozzáadásával.

Alkalmos bázisok a szerves bázisok, például az aminok, például trietil-amin, kinuklidin, piridin stb., továbbá a szerves bázisok, például hidridek, például a nátrium- vagy kalcium-hidrid, hidroxidok, például a nátrium- vagy kálium-hidroxid, karbonátok, például a nátrium- vagy kálium-karbonát, vagy hidrogén-karbonátok, például a nátrium- vagy kálium-hidrogén-karbonát.

A végtermékek az oldószer részleges és/vagy teljes lepárlásával izolálhatók, és átkristályosítással, vagy a szilárd maradéknak valamely, azt rosszul oldó oldószerrel, például éterrel, aromás szénhidrogénnel vagy klórozott szénhidrogénnel történő eldörzsölésével tisztíthatók.

Az (I) általános képletű hatóanyagok stabil vegyületek. Így kezelésük során nem szükséges különösebb elővigyázatosság.

A (II) és (IV) általános képletű közbenső termékek ismertek, vagy önmagukban ismert eljárásokhoz hasonlóan előállíthatók.

Az (V) általános képletű közbenső termékeket részben a 82 810 300.2. számú európai szabadalmi bejelentés ismerteti. Az ilyen típusú kiindulási anyagok közül azonban az (Va) általános képletű vegyületek újak, ahol a képletben

Y a fent megadott jelentésű, és

R<sub>19</sub> 1-5 szénatomos alkil- vagy 1-3 szénatomos alkoxycsoport.

Ezen közbenső termékeket éppen az (I) általános képletű hatóanyagok előállításához állítottuk elő.

Az (Va) általános képletű vegyületek úgy állíthatók elő, hogy egy (VIII) általános képletű aminopirimidint, ahol

Y jelentése a fent megadott, és

R<sub>19</sub> 1-5 szénatomos alkil- vagy 1-3 szénatomos alkoxycsoport, valamely bázis jelenlétében, difluor-klór-metánnal vagy difluor-bróm-metánnal reagáltatunk.

Az (Va) általános képletű vegyületeket előnyösen valamely inert, poláros oldószerben vagy oldószerelegyen állítjuk elő. Alkalmos oldószerek az éterek, például a dioxán, tetrahidrofuran, etilén-glikol-dimetil-éter vagy dietilén-glikol-dimetil-éter, az alkoholok, például a metanol, etanol, ketonok, például az acetone, etil-metil-keton, dimetil-formamid, acetonitril vagy dimetil-szulfoxid. Bázisként elsősorban a nárium- és kalcium-hidrid, kálium- és nátrium-hidroxid, kálium- és nátrium-karbonát alkalmazhatók. Adott esetben a bázis vizes oldatként adagolható.

A (VIII) általános képletű kiindulási anyagok ismertek, vagy ismert eljárásokhoz hasonlóan állíthatók elő.

A (III) és (VI) általános képletű kiindulási anyagok részben a 82 810 300.2. számú európai szabadalmi bejelentésből ismertek, vagy az (V) általános képletű közbenső termékek előállítására alkalmas eljárásokhoz hasonlóan állíthatók elő.

Az (I) általános képletű vegyületeket hatóanyagként tartalmazó készítmények már alacsony hatóanyag-dózis mellett jó szelektív növekedést gátló és szelektív herbicid hatásúak, melynek következtében igen jól alkalmazhatók haszonnövények, főleg cukornád, gabona, gyapot, szója, kukorica és rizstüvelvényeken. A növekedéscsökkentés mellett ugyanakkor – részben – a gyomnövényeket is károsítják, ami eddig csak totálherbicidekkel volt elérhető.

A találmány szerinti készítmények hatása eltér a megszokottól. A hatóanyagok jelentős része tovább szállítódik, azaz, azokat a növény felveszi és más helyre szállítja, ahol azután a hatás létrejön. Az ilyen hatás következtében elértük például azt, hogy széleslevelű gyomok felületi kezelésével azokat a gyökereikig károsítottuk. A találmány szerinti készítmények más herbicidekkel összehasonlítva már igen kis hatóanyag-dózisnak megfelelő mennyiségben is hatásosak. A találmány szerinti készítmények ezen kívül erős növényi növekedést szabályozó tulajdonságokat mutatnak, amely haszonnövények termés- vagy gyümölcs hozamának növekedésében jelentkezhet.

Számos találmány szerinti készítmény ezenkívül az (I) általános képletű hatóanyag koncentrációjától függő, növényi növekedést gátló hatással rendelkezik. Az ilyen készítmények mind az egyszikű, mind a kétszikű növények növekedését befolyásolják.

Így például trópusi területek mezőgazdaságában a talajborítóként alkalmazott hüvelyesek növekedése a találmány szerinti készítményekkel végzett kezeléssel szelektíven oly módon gátlható, hogy – bár a kultúrnövények között a talajeróziót a borító növények gátolják, ugyanakkor nem jelentenek konkurenciát a haszonnövényekre.

A találmány szerinti készítmények számos kultúrnövény esetében a vegetatív növekedést gátolják, ezért a használnövények sűrűbben vethetők, ezáltal a talajterület egységére vonatkoztatva terméshozam-növekedés érhető el. A növényi növekedést gátló találmány szerinti készítményekkel létrehozott terméshozam-növekedés úgy jön létre, hogy – mivel a vegetatív növekedés háttérbe szorul – a hatóanyagok nagyobb mértékben fordítódnak a virág- és termésképzésre.

Egyszikű növények, például füvek vagy használnövények, vagy például gabona esetén a találmány szerinti készítmények a vegetatív növekedést gátolják. A növényi növekedés szabályozása – többek között füvek esetében – komoly gazdasági jelentőségű, mivel ezzel például a fűnyírás gyakorisága csökkenthető díszkertekben, parkokban és sportpályákon, továbbá autópályák melletti sávokon. Jelentős ez a gátló hatás lágy vagy fás szárú növények esetén, például útmenti területeken vagy felüljárók közelében vagy általában minden olyan területen, ahol az erős növekedés nem célszerű.

A találmány szerinti készítmények gabonafélék szárhosszában csökkentésére is alkalmazhatók, mivel a szár megrövidülése csökkenti a betakarítás előtt a növények elfekvésének veszélyét, ez utóbbi pedig a terméshozam csökkenését eredményezheti. A növényi növekedést szabályozó találmány szerinti készítmények gabonák esetében egyidejűleg a szár erősödését is eredményezik, amely ismét csak az elfekvés ellen hat.

Az (I) általános képletű vegyületeket hatóanyagként tartalmazó készítmények gátolják a tárolt burgonya esetében a csírázást. Burgonya tárolásakor a tél során csírák keletkeznek, melyek ráncosodást, súlycsökkenést és egyéb hibákat okozhatnak.

A találmány szerinti készítmények a példákban alkalmazott koncentrációnál nagyobb koncentrációban való alkalmazása esetén valamennyi vizsgált növény növekedése annyira visszamaradt, hogy elpusztultak.

A találmány tárgya herbicid és növényi növekedést szabályozó készítmény, mely hatóanyagként új (I) általános képletű vegyületet tartalmaz.

A találmány szerinti készítmények az (I) általános képletű vegyületeket az ilyen jellegű készítmények előállításánál általánosan alkalmazott adalékanyagokkal együtt tartalmazzák, és például emulziókoncentrátumként, közvetlenül permetezhető vagy hígítható oldatokként, híg emulzióként, szóróporokként, oldható porokként, porozószerként, granulátumokként vagy kapszulázott formában, például polimer anyagokkal kapszulázva kerülhetnek alkalmazásra. A találmány szerinti készítmények alkalmazását, a permetezést, ködképződést, porzást, szórást és öntözést, továbbá a készítmény formáját az elérendő céloktól és az adott körülményektől tesszük függővé.

A készítményeket, azaz az (I) általános képletű hatóanyagot és egy szilárd vagy folyékony adalékanyagot tartalmazó készítményt önmagában ismert módszerekkel állíthatjuk elő, azaz a hatóanyag töltőanyagokkal, például oldószerekkel, szilárd hordozóanyagokkal és adott esetben felületaktív sze-

rekkel (tenzidekkel) történő alapos elkeverésével és/vagy eldörzsölésével.

Oldószerek például az aromás szénhidrogének, előnyösen a 8–12 szénatomot tartalmazó frakciók, például a xilol-elegyek vagy szubsztituált naftalínek, a ftálsav-észterek, például dibutil- vagy dioktil-ftalát, az alifás szénhidrogének, például ciklohexán vagy paraffinok, alkoholok és glikolok, valamint ezek éterei és észterei, például az etanol, etilén-glikol, etilén-glikol-monometil- vagy etil-éter, ketonok, például ciklohexanon, erősen poláros oldószerek például az N-metil-2-pirrolidon, dimetil-szulfoxid vagy dimetil-formamid, valamint az adott esetben epoxidált növényi olajok, például az epoxidált kókuszolaj vagy szójaolaj.

A szóróporok és diszpergálható porok előállításánál alkalmazott szilárd hordozóanyagok általában természetes körülmények között előforduló közetporok, például a kalcit, talkum, kaolin, montmorillonit vagy attapulgit. A fizikai tulajdonságok javítására nagydiszperzitású kovasav vagy nagydiszperzitású és nagy nedvességszívó képességű polimerizátumok is adagolhatók. Adszorptív granulátum hordozók például a porózus típusú anyagok, például a habkő, téglatörmelék, szepionit vagy bentonit, nem-szorptív hordozóanyag például a kalcit vagy homok. Alkalmazható azonban ezenkívül számos szervetlen vagy szerves, előre granulált anyag is, például főleg a dolomit vagy aprított növényi maradékok.

Felületaktív anyagként az (I) általános képletű hatóanyag természetétől függően nemionos kation és/vagy anionaktív tenzidek jöhetnek számításba, melyek jó emulgeáló, diszpergáló és nedvesítő tulajdonságokkal rendelkeznek. Tenzidek alatt a tenzidegyegek is értendők.

Alkalmas anionos tenzidek például az úgynevezett vízdoldható szappanok, valamint a vízdoldható szintetikus felületaktív szerek.

Szappanok a hosszúláncú zsírsavak (10–22 szénatomos) alkálifém-, alkáliföldfém- vagy adott esetben szubsztituált ammóniumsói, például az olaj- vagy sztearinsav, nátrium- vagy káliumsói, vagy a természetes zsírsav-elegyek, például a kókusz- vagy faggyúolaj ilyen jellegű sói. Alkalmasak ezenkívül a zsírsav-metil-aurinsók is. A formáláshoz alkalmasabbak azonban az úgynevezett szintetikus tenzidek, főleg a zsíralkoholszulfonátok, zsíralkohol-szulfátok, szulfonát-benzimidazol-származékok vagy alkil-aril-szulfonátok.

A zsíralkoholszulfonátok vagy -szulfátok általában alkálifém-, alkáliföldfém- vagy adott esetben szubsztituált ammóniumsóként fordulnak elő, és 8–22 szénatomos alkilcsoportot tartalmaznak, ahol az alkilcsoport magában foglalja az acilcsoportok alkilrészét is. Ilyenek például a ligninszulfonsav, a dodecil-kénsav-észterek vagy a természetes zsírsavakból előállított zsíralkohol-szulfát-elegyek nátrium- és káliumsói. Ide tartoznak a zsíralkohol-etilén-oxid-adduktok, kénsav-észtereknek és szulfonsav-észtereknek sói is. A szulfonát-benzimidazol-származékok előnyösen 2-szulfonsav-csoportokat és egy 8–22 szénatomos zsírsav-részt tartalmaznak. Az alkil-aril-szulfonátok például a dodecil-benzolszulfonsav, dibutil-naftalinszulfonsav vagy

egy naftalinszulfonsav-formaldehid kondenzációs termék, nátrium-, kalcium- vagy trietanol-amin-sói.

Alkalmasak ezenkívül a megfelelő foszfátok, például egy p-nonil-fenil-(4-14)-etilén-oxid-addukt foszforsav-észterének sói vagy foszfolipidek is.

Nemionos tenzidek elsősorban az alifás vagy cikloalifás alkoholok, telített vagy telítetlen zsírsavak és alkil-fenolok poli(glikol-éter)-származékai, melyek 3-30 glikol-éter-csoportot és az alifás szénhidrogénkövekben 8-20 szénatomot tartalmaznak, illetve az alkil-fenolok alkilrészében 6-18 szénatom van.

További, nemionos tenzidek a vízzeloldható 20-250 etilén-glikol-éter-csoportot és 10-100 propilén-glikol-éter-csoportot tartalmazó vegyületek, valamint a poli(etilén-oxid) és a poli(propilén-glikol) vagy az etilén-diamino-propilén-glikol, vagy alkil-poli(propilén-glikol) adduktjai, melyek az alkil-láncban 1-10 szénatomot tartalmaznak.

Nemionos tenzidek például a nonil-fenol-poli-etoxi-etanolok, a ricinusolaj-poliglikol-éter, poli(propilén-oxid)-poli(etilén-oxid)-adduktot, tributil-fenoxi-poli-etanol, poli(etilén-glikol) és oktil-fenoxi-poli-etoxi-etanol.

Alkalmasak ezenkívül a poli(oxi-etilén)-szorbítán zsírsav-észterei is, például a poli(oxi-etilén)-szorbítán-trioleát.

A kationos tenzidek mindenekelőtt kvaterner ammóniumsók, melyek N-szubsztituensként legálább egy, 8-22 szénatomos alkilcsoportot tartalmaznak, és ezenkívül rövidszénláncú, adott esetben halogénezett alkilcsoportokkal, benzil- vagy rövidszénláncú hidroxil-alkil-csoportokkal lehetnek szubsztituálva. A sók előnyösen a halogénidek, metil-szulfátok vagy etil-szulfátok, például a sztearil-trimetil-ammónium-klorid vagy a benzil-di-(2-klór-etil)-etil-ammónium-bromid.

A készítmények előállításánál alkalmazott tenzideket például a következő irodalmak ismertetik:

Mc Cutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual MC

Publishing Corp., Ridgewood, New Jersey, 1979.

Sisley and Wood, „Encyclopedia of Surface Active Agents”.

Chemical publishing Co., Inc., New York, 1964.

A találmány szerinti készítmények általában 0,001-60 tömeg%, (I) általános képletű hatóanyagot, 27-99,99 tömeg% szilárd vagy folyékony vivőanyagot és 0-28 tömeg% tenzidet tartalmaznak.

Előnyös készítmény-összetételek például a következők (a % tömeg%-ot jelent):

#### EMULZIÓKONCENTRÁTUM

|                   |                   |           |
|-------------------|-------------------|-----------|
| Hatóanyag         | 1-20%,<br>5-10%   | előnyösen |
| felületaktív szer | 5-28%,<br>10-20%  | előnyösen |
| folyékony hordozó | 50-94%,<br>70-85% | előnyösen |

#### POROZOSZER

|                        |                       |           |
|------------------------|-----------------------|-----------|
| hatóanyag              | 0,1-10%,<br>0,1-1%    | előnyösen |
| 5 szilárd hordozóanyag | 99,9-90%,<br>99,9-99% | előnyösen |

#### SZUSZPENZIÓKONCENTRÁTUM

|                      |                   |           |
|----------------------|-------------------|-----------|
| 10 hatóanyag         | 5-60%,<br>10-50%  | előnyösen |
| víz                  | 94-25%,<br>90-30% | előnyösen |
| 15 felületaktív szer | 1-28%,<br>2-28%   | előnyösen |

#### NEDVESÍTHETŐ POR

|                         |                   |           |
|-------------------------|-------------------|-----------|
| 20 hatóanyag            | 0,5-60%,<br>1-60% | előnyösen |
| felületaktív szer       | 0,5-20%,<br>1-15% | előnyösen |
| 25 szilárd hordozóanyag | 5-95%,<br>15-90%  | előnyösen |

#### GRANULÁTUM

|                      |                     |           |
|----------------------|---------------------|-----------|
| 30 hatóanyag         | 0,5-30%,<br>3-15%   | előnyösen |
| szilárd hordozóanyag | 99,5-70%,<br>97-85% | előnyösen |

35 Mivel a forgalombahozatalra előnyösen a koncentrált készítmény alkalmas, a felhasználó általában hígított készítményt használ. A készítmények hígítása egészen 0,001% hatóanyag-koncentrációig történhet. A készítmények alkalmazási mennyisége általában 0,01-10 kg hatóanyag/hektár, előnyösen 0,025-5 kg hatóanyag/hektár dózisnak megfelelő mennyiségben történhet.

40 A készítmények ezenkívül további adalékanyagokat, például stabilizátorokat, habzágátlókat, viszkozitást szabályozó szereket, kötőanyagokat, tapadást elősegítő anyagokat, valamint műtrágyákat tartalmazhatnak.

#### ELŐÁLLÍTÁSI PÉLDÁK

##### 1. példa

N-(2-Klór-fenil-szulfonil)-N'-[4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamid

55 4,9 g (0,0225 mól) 2-klór-fenil-szulfonil-izocianát és 3,5 g (0,02 mól) 2-amino-4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin 70 ml dioxánnal készített oldatát 2 órán át 60-70 °C hőmérsékleten, keverés közben melegítjük. Szűrés, bepárlás és a maradék éterral történő kezelése után 3,8 g (49,9%) N-(2-klór-fenil-szulfonil)-N'-[4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamidot kapunk.

Op.: 169-170 °C.

## 2. példa

*N*-[2-(Metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-*N'*-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamid

Az 1. példában leírtak szerint 3,62 g (0,0158 mól) 2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil-izocianáttól és 2,63 g (0,0116 mól) 2-amino-4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidinből 50 ml dioxánban 3,9 g (73,7%) *N*-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-*N'*-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamidot kapunk.

Op.: 186–188 °C.

## 3. példa

*N*-[2-(Metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-*N'*-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-*N'*-metil-karbamid

a) 67,6 g (1,0 mól) metil-ammónium-kloridot 42,0 g (0,5 mól) ciano-guanidinnel 175 °C hőmérsékleten melegítünk. Szintelen olvadékat kapunk, a reakció beindulása után a reakcióelegy a felszabaduló reakcióhőtől 206 °C hőmérsékletre melegszik. Ezután az elegyet 3,5 órán át 175 °C hőmérsékleten melegítjük, majd 80 °C hőmérsékletre hűtjük, 320 ml metanollal hígítjuk, és 5 perc alatt 172,3 g 30%-os, metanosos nátrium-metilát-oldatot (0,97 mól) adunk hozzá. A kapott szuszpenziót 30 percen át forraljuk visszafolyatás közben, majd 5

perc alatt 173,0 g (1,08 mól) malonsav-dietil-észtert adunk hozzá. A szuszpenziót további 6 órán át forraljuk visszafolyatás közben, majd 1,25 l vízzel hígítjuk. A tiszta, narancsszínű oldatot jégcettel pH = 4,5 értékre savanyítjuk, amikor a termék kicsapódik. A csapadékot elválasztjuk, vízzel mossuk és 60 °C hőmérsékleten vákuumban foszfor-pentoxid felett szárítjuk. Ily módon 35,2 g (25,0%) 2-(metil-amino)-4,6-dihidroxi-pirimidint kapunk, op.: nagyobb mint 290 °C.

b) 35,3 g (0,25 mól) 2-(metil-amino)-4,6-dihidroxi-pirimidin, 340 g 30%-os, vizes nátrium-hidroxid-oldat (2,5 mól) és 600 ml dioxán elegyét 75 °C hőmérsékletre melegítjük. Az emulzióba 1,5 órán át difluor-klór-metán-gázt vezetünk. A szerves fázist elválasztjuk és bepároljuk. A maradékot jeges vízzel mossuk és szárítjuk. Ily módon a kívánt 2-(metil-amino)-4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidint kapjuk, melynek olvadáspontja: 54–55 °C.

c) Az 1. példában megadottak szerint eljárva 2,6 g (0,011 mól) 2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil-izocianáttól és 2,4 g (0,01 mól) 2-(metil-amino)-4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidinből kiindulva, 30 ml metilén-kloridban 4,6 g (95,8%) *N*-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-*N'*-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-*N'*-metil-karbamidot kapunk, mely aceton-éter-elegyből átkristályosítva 114–115 °C hőmérsékleten olvad.

Hasonló módon eljárva kapjuk a következő, I. táblázatban ismertetett (IX) általános képletű vegyületeket:

I. Táblázat

| Vegyület száma | R <sub>1</sub>                                                     | R <sub>2</sub>     | Y                                    | Z | Op. °C              |
|----------------|--------------------------------------------------------------------|--------------------|--------------------------------------|---|---------------------|
| 1.1            | —COOCH <sub>3</sub>                                                | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 163–164             |
| 1.2            | —COOCH <sub>3</sub>                                                | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                   | O | 186–188             |
| 1.3            | —COOCH <sub>3</sub>                                                | H                  | —C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>       | O | 170–171             |
| 1.4            | —COOCH <sub>3</sub>                                                | H                  | —OCH <sub>3</sub>                    | O | 177–178             |
| 1.5            | Cl                                                                 | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 169–170             |
| 1.7            | Cl                                                                 | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                   | O | 181–182             |
| 1.8            | —CH <sub>3</sub>                                                   | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 168–171             |
| 1.10           | —OCH <sub>3</sub>                                                  | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 164–165             |
| 1.11           | —OCH <sub>3</sub>                                                  | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                   | O | 183–184             |
| 1.12           | —OCH <sub>3</sub>                                                  | H                  | —OCH <sub>3</sub>                    | O | 173–174             |
| 1.14           | —CF <sub>3</sub>                                                   | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 203–204<br>(bomlik) |
| 1.16           | Br                                                                 | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 170–171             |
| 1.18           | —NO <sub>2</sub>                                                   | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 194–195<br>(bomlik) |
| 1.19           | —NO <sub>2</sub>                                                   | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                   | O | 173–174             |
| 1.20           | —NO <sub>2</sub>                                                   | H                  | —OCH <sub>3</sub>                    | O | 182–184             |
| 1.21           | —OCH <sub>3</sub>                                                  | 5-OCH <sub>3</sub> | —CH <sub>3</sub>                     | O | 177–178             |
| 1.33           | —SO <sub>2</sub> —(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> —CH <sub>3</sub> | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 169–170             |
| 1.42           | Cl                                                                 | H                  | —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>    | O | 185–187             |
| 1.43           | —NO <sub>2</sub>                                                   | H                  | —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>    | O | 198–199             |
| 1.55           | —OCH <sub>3</sub>                                                  | 6-Cl               | —CH <sub>3</sub>                     | O | 163–164             |
| 1.67           | —COOCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                              | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 169–170             |
| 1.68           | —COOCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                              | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                   | O | 170–172             |
| 1.69           | —COOCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                              | H                  | —OCH <sub>3</sub>                    | O | 178–180             |
| 1.70           | —COOCH <sub>2</sub> —CH=CH <sub>2</sub>                            | H                  | —CH <sub>3</sub>                     | O | 138–140             |
| 1.77           | —COOCH <sub>3</sub>                                                | H                  | —OCH <sub>2</sub> —CH <sub>3</sub> O |   | 158–159             |

## I. Táblázat folytatása

| Vegyület száma | R <sub>1</sub>                                     | R <sub>2</sub>     | Y                                 | Z | Op. °C              |
|----------------|----------------------------------------------------|--------------------|-----------------------------------|---|---------------------|
| 1.78           | —COOCH <sub>3</sub>                                | H                  | —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | O | 229–230             |
| 1.79           | —NH <sub>2</sub>                                   | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 222–225<br>(bomlik) |
| 1.80           | —NH—CO—CH <sub>3</sub>                             | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 171–172             |
| 1.83           | —SCH <sub>3</sub>                                  | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 168–169             |
| 1.84           | —SCH <sub>3</sub>                                  | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 187–188             |
| 1.85           | —SO <sub>2</sub> —CH <sub>3</sub>                  | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 208<br>(bomlik)     |
| 1.93           | —SO <sub>2</sub> —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 196–198             |
| 1.94           | —SO <sub>2</sub> —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 170–172             |
| 1.95           | F                                                  | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 158–159             |
| 1.96           | F                                                  | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 200–201             |
| 1.97           | Cl                                                 | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | S | 157–159             |
| 1.98           | Cl                                                 | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | S | 167<br>(bomlik)     |
| 1.100          | —COOCH <sub>3</sub>                                | H                  | —CH <sub>2</sub> F                | O | 164–165             |
| 1.101          | —COOCH <sub>3</sub>                                | H                  | —CF <sub>3</sub>                  | O | 165–166             |
| 1.102          | —COOCH <sub>3</sub>                                | H                  | Cl                                | O | 171–172             |
| 1.109          | —NO <sub>2</sub>                                   | H                  | Cl                                | O | 190–191             |
| 1.110          | —NO <sub>2</sub>                                   | H                  | —CF <sub>3</sub>                  | O | 175–176             |
| 1.113          | —OCH <sub>3</sub>                                  | H                  | Cl                                | O | 142–144             |
| 1.114          | —OCH <sub>3</sub>                                  | H                  | —CF <sub>3</sub>                  | O | 153–154             |
| 1.130          | —CH <sub>3</sub>                                   | 6-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 173–175             |
| 1.137          | —COOCH <sub>3</sub>                                | 6-CH <sub>3</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 140<br>(bomlik)     |
| 1.138          | —COOCH <sub>3</sub>                                | 3-CH <sub>3</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 173–175<br>(bomlik) |
| 1.139          | —OCH <sub>3</sub>                                  | H                  | —C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>    | O |                     |
| 1.140          | —OCH <sub>3</sub>                                  | 5-F                | —CH <sub>3</sub>                  | O | 173–175<br>(bomlik) |
| 1.144          | —OCH <sub>3</sub>                                  | 5-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 176–177<br>(bomlik) |
| 1.146          | I                                                  | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 164–166             |
| 1.147          | —OCH <sub>3</sub>                                  | H                  | —C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>    | O | 170–171             |
| 1.148          | H                                                  | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 176–177             |
| 1.149          | Cl                                                 | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 172–173             |
| 1.150          | —CH <sub>3</sub>                                   | 5-NO <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 189–190             |
| 1.151          | —CH <sub>3</sub>                                   | 5-NH <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 133–135             |
| 1.176          | —SCH <sub>3</sub>                                  | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 181–182             |
| 1.190          | F                                                  | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 198–199             |
| 1.193          | I                                                  | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 174–176<br>(bomlik) |
| 1.194          | I                                                  | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 134–136<br>(bomlik) |
| 1.195          | I                                                  | H                  | —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | O | 234<br>(bomlik)     |
| 1.202          | —OCH <sub>3</sub>                                  | 6-SCH <sub>3</sub> | —CH <sub>3</sub>                  | O | 140–143             |
| 1.208          | —O—C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                   | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 188–189             |
| 1.209          | —O—C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                   | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 172–173             |
| 1.210          | —O—C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                   | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 165–166             |
| 1.211          | —O—C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                   | H                  | —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | O | 195–196             |
| 1.213          | —O—C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -i                | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 166–167             |
| 1.214          | —O—C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -i                | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 168–170             |
| 1.215          | —O—C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -i                | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 147–148             |
| 1.228          | —NO <sub>2</sub>                                   | H                  | —O—C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>  | O | 128–129             |
| 1.231          | —COOCH <sub>3</sub>                                | H                  | —SCH <sub>3</sub>                 | O | 187–189             |
| 1.240          | —CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> —CF <sub>3</sub> | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 164–165             |
| 1.278          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -szek           | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 168–169             |
| 1.279          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -szek           | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 164–166             |
| 1.280          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -szek           | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 167–169             |
| 1.284          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -i              | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 125–130             |

## I. Táblázat folytatása

| Vegyület száma | R <sub>1</sub>                                         | R <sub>2</sub>     | Y                                 | Z | Op. °C              |
|----------------|--------------------------------------------------------|--------------------|-----------------------------------|---|---------------------|
| 1.285          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -i                  | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 167–168             |
| 1.286          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -i                  | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 164–165             |
| 1.292          | —COO—CH <sub>2</sub> —C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>    | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 144–146             |
| 1.297          | —COO—CH <sub>2</sub> C≡CH                              | H                  | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 164–166             |
| 1.310          | —COO—C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                     | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 150–152             |
| 1.317          | —COO—CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> —OCH <sub>3</sub> | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 150–152             |
| 1.322          | —COO—CH <sub>2</sub> —CH <sub>2</sub> —Cl              | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 177–179             |
| 1.327          | C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -n                       | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 147–148<br>(bomlik) |
| 1.333          | H                                                      | 3-NO <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 190–193             |
| 1.336          | —CH <sub>2</sub> Cl                                    | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 153–156             |
| 1.342          | —SO <sub>2</sub> —O—CH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>    | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 176–179             |
| 1.352          | —OCH <sub>3</sub>                                      | 4-NO <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 164–167             |
| 1.375          | Cl                                                     | 6-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 170–172             |
| 1.381          | —NO <sub>2</sub>                                       | 6-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 180<br>(bomlik)     |
| 1.382          | —NO <sub>2</sub>                                       | 6-Cl               | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 157<br>(bomlik)     |
| 1.383          | —NO <sub>2</sub>                                       | 6-Cl               | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 175–177<br>(bomlik) |
| 1.384          | —NO <sub>2</sub>                                       | 6-Cl               | —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | O | 185–188<br>(bomlik) |
| 1.387          | Cl                                                     | 5-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 207–209             |
| 1.390          | —OCH <sub>3</sub>                                      | 5-CH <sub>3</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 164–167             |
| 1.395          | Cl                                                     | 3-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 182–184             |
| 1.401          | —CH <sub>3</sub>                                       | 5-NO <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 189–190             |
| 1.406          | —CH <sub>3</sub>                                       | 5-NH <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 133–135             |
| 1.421          | —NH <sub>2</sub>                                       | 6-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 123<br>(bomlik)     |
| 1.441          | Br                                                     | 6-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 150–152<br>(bomlik) |
| 1.448          | I                                                      | 6-Cl               | —CH <sub>3</sub>                  | O | 129–131<br>(bomlik) |
| 1.452          | I                                                      | 6-Cl               | —OCHF <sub>2</sub>                | O | 138<br>(bomlik)     |
| 1.480          | —COOCH <sub>3</sub>                                    | 4-NO <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 186–187<br>(bomlik) |
| 1.488          | Cl                                                     | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | S | 165–166             |
| 1.489          | Cl                                                     | H                  | —N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | S | 191<br>(bomlik)     |
| 1.490          | —COO—C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -izo                | H                  | Cl                                | O | 163–166             |
| 1.491          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -szek               | H                  | Cl                                | O | 165–167             |
| 1.492          | —NO <sub>2</sub>                                       | H                  | —C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>    | O | 188–189             |
| 1.493          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -n                  | H                  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 142–144             |
| 1.494          | —COO—C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -n                  | H                  | —OCH <sub>3</sub>                 | O | 138–141             |
| 1.495          | —COOCH <sub>3</sub>                                    | 5-NO <sub>2</sub>  | —CH <sub>3</sub>                  | O | 174–176             |
| 1.496          | Cl                                                     | 3-OCH <sub>3</sub> | —CH <sub>3</sub>                  | O | 162–165<br>(bomlik) |
| 1.497          | —COOCH <sub>3</sub>                                    | 6-OCH <sub>3</sub> | —CH <sub>3</sub>                  | O | 200–201             |



Hasonló módon állítjuk elő az alábbi táblázatban ismertetett (X) általános képletű vegyületet:

II. táblázat

| Vegyület száma | R <sub>4</sub> | R <sub>5</sub> | Y                | Z | Op. °C  |
|----------------|----------------|----------------|------------------|---|---------|
| 2.4            | H              | Cl             | —CH <sub>3</sub> | O | 173–174 |

Hasonló módon állítjuk elő az alábbi táblázatban ismertetett (XI) általános képletű vegyületet:

| 5 | Vegyület száma | R <sub>1</sub>      | R <sub>10</sub>  | Y                  | Z | Op. °C  |
|---|----------------|---------------------|------------------|--------------------|---|---------|
|   | 3.1            | —COOCH <sub>3</sub> | —CH <sub>3</sub> | —OCHF <sub>2</sub> | O | 114–115 |

Hasonló módon állítjuk elő az alábbi táblázatban ismertetett (XII) általános képletű vegyületet:

V. táblázat

| Vegyület száma | R <sub>1</sub>    | R <sub>2</sub>    | R <sub>3</sub>    | Y                | Z | Op. °C       |
|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|------------------|---|--------------|
| 5.1            | —OCH <sub>3</sub> | 3-Cl              | 5-Cl              | —CH <sub>3</sub> | O | 152–155      |
| 5.6            | —CH <sub>3</sub>  | 3-CH <sub>3</sub> | 5-NO <sub>2</sub> | —CH <sub>3</sub> | O | 201 (bomlik) |

## 3/1. példa

*N*-(2-klór-fenil-szulfonil)-*N'*[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamid

a) 4,6-bisz(difluor-metoxi)-2-izociano-pirimidin 4,55 g 2-amino-4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin, 3,8 g oxalil-klorid és 40 ml etilén-glikol-dimetil-éter elegyét 15 órán át visszafolyatás közben forralunk. Tiszta oldatot kapunk. Bepárlással 4,0 g 4,6-bisz(difluor-metoxi)-2-izociano-pirimidint kapunk szintelen olajként, amelynek forráspontja 130–140 °C/16 mbar.

b) 2,53 g 4,6-bisz(difluor-metoxi)-2-izociano-pirimidin, 1,92 g 2-klór-fenil-szulfonamid, 1,55 g 1,8-diazabicyclo(5,4,0)-undec-7-én és 30 ml vízmentes dioxán elegyét 4 órán át 70° és 80° közötti hőmérsékleten tartjuk. Ezt követően a reakcióelegyet hígított sósav-oldatba öntjük és etil-acetáttal extraháljuk. A szerves fázist bepároljuk és a maradékot acetone és éter elegyből kikristályosítjuk, 2,9 g *N*-(2-klór-fenil-szulfonil)-*N'*[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamidot kapunk, melynek olvadáspontja 181–182° (1.7. számú vegyület).

## KÉSZÍTMÉNY-ELŐÁLLÍTÁSI PÉLDÁK

## 4. példa

(A % mindig súly%-ot jelent)

| a) Szórópor                                        | a)  | b)  | c)    |
|----------------------------------------------------|-----|-----|-------|
| 1.3 számú vegyület                                 | 20% | 60% | 0,5%  |
| nátrium-ligninszulfonát                            | 5%  | 5%  | 5%    |
| nátrium-lauril-szulfát                             | 3%  | —   | —     |
| nátrium-diizobutil-naftalin-szulfonát              | —   | 6%  | 6%    |
| oktil-fenol-poli(etilén-glikol)-éter (7–8 mól AeO) | —   | 2%  | 2%    |
| nagydiszperzitású kovasav                          | 5%  | 27% | 27%   |
| kaolin                                             | 67% | —   | —     |
| nátrium-klorid                                     | —   | —   | 59,5% |

A hatóanyagot az adalékanyagokkal alaposan elkeverjük és megfelelő malomban alaposan eldörzsöljük. Így szóróport kapunk, mely vízzel bármely kívánt koncentrációra szuszpendálható.

| b) Emulziókoncentrátum                             | a)  | b)  |
|----------------------------------------------------|-----|-----|
| 1.1 számú vegyület                                 | 10% | 1%  |
| oktil-fenol-poli(etilén-glikol)-éter (4–5 mól AeO) | 3%  | 3%  |
| kalcium-dodecil-benzolszulfonát                    | 3%  | 3%  |
| ricinusolaj-poliglikoléter (36 mól AeO)            | 4%  | 4%  |
| ciklohexanon                                       | 30% | 10% |
| xilol-elegy                                        | 50% | 79% |

Ezekből a koncentrátumokból vízzel történő hígítással bármely kívánt koncentráció-emulzió előállítható.

| c) Porozószer      | a)    | b)  |
|--------------------|-------|-----|
| 1.7 számú vegyület | 0,1%  | 1%  |
| talkum             | 99,9% | —   |
| 45 kaolin          | —     | 99% |

A hatóanyagot a hordozóanyaggal elkeverve és megfelelő malomban eldörzsölve felhasználásra kész porozószeret kapunk.

| d) Extrudált granulátum | a)  | b)  |
|-------------------------|-----|-----|
| 1.19 számú vegyület     | 10% | 1%  |
| nátrium-ligninszulfonát | 2%  | 2%  |
| karboxi-metil-cellulóz  | 1%  | 1%  |
| 55 kaolin               | 87% | 96% |

A hatóanyagot az adalékanyagokkal elkeverjük, eldörzsöljük és vízzel nedvesítjük. Az elegyet ezután extrudáljuk, majd légáramban szárítjuk.

| e) Bevont granulátum         | a)  | b) |
|------------------------------|-----|----|
| 1.18 számú vegyület          | 3%  | —  |
| poli(etilén-glikol) (MS 200) | 3%  | —  |
| 60 kaolin                    | 94% | —  |

A finoman eldörzsölt hatóanyagot keverőberendezésben a poli(etilén-glikol)-lal megfelelően megnedvesített kaolinra egyenletesen felhordjuk. Ily módon pormentes, borított granulátumot kapunk.

| f) Szuszpenzió-koncentrátum                       | a)   | b)   |
|---------------------------------------------------|------|------|
| 1.78 számú vegyület                               | 40%  | 5%   |
| etilén-glikol                                     | 10%  | 10%  |
| nonil-fenol-poli(etilén-glikol)-éter (15 mól AeO) | 6%   | 1%   |
| nátrium-ligninszulfonát                           | 10%  | 5%   |
| karboxil-metil-cellulóz                           | 1%   | 1%   |
| 37%-os, vizes formaldehid-oldat                   | 0,2% | 0,2% |
| szilikonolaj, 75%-os, vizes emulzió formájában    | 0,8% | 0,8% |
| víz                                               | 32%  | 77%  |

A finoman eldörzsölt hatóanyagot az adalékanyagokkal alaposan elkeverjük. Így egy szuszpenzió-koncentrátumot kapunk, melyből vízzel történő hígítással bármely kívánt koncentrációjú szuszpenzió előállítható.

| g) Só-oldat                                       |     |
|---------------------------------------------------|-----|
| 1.149 számú vegyület                              | 5%  |
| izopropil-amin                                    | 1%  |
| oktil-fenol-poli(etilén-glikol)-éter (78 mól AeO) | 3%  |
| víz                                               | 91% |

### BIOLÓGIAI PÉLDÁK

#### 5. példa

#### Kikelés előtti herbicid hatás

Műanyag cserepeket expandált vermikulittal (sűrűség: 0,135 g/cm<sup>3</sup>, vízabszorpciós képesség: 0,565 l/l) töltünk meg. A nem-adszorptív vermikulitot a hatóanyagot 70,8 ppm koncentrációban tartalmazó ionmentes vízzel készített hatóanyaggal telítjük, majd a felületre a következő növények magvait ültetjük: *Nasturtium officinalis*, *Agrostis tenuis*, *Stellaria media* és *Digitaria sanguinalis*. A kísérleti edényeket ezután 20 °C hőmérsékletű klímahelyiségben, körülbelül 20 kLux fényerősség és 70%-os relatív nedvességtartalmú levegő biztosítása mellett tartjuk.

A 4-5 napos csírázási időszak alatt az edényeket a helyi levegőnedvesség megnövelésére fényszeresztő anyaggal leborítottuk és ionmentesített vízzel locsoltuk. Az 5. nap után az öntözővízhez 0,5% Greenzit-et (kereskedelmi folyékony műtrágya) adtunk. A kikelés után eltelt 12. napon a kísérletet kiértékeljük, és a kísérleti növényekre kifejtett hatást az alábbiak szerint értékeltük:

1: A növények nem csíráztak ki, vagy teljesen elpusztultak,  
2-3: igen erős hatás,  
4-6: közepes hatás,  
7-8: gyenge hatás,  
9: nincs hatás (megegyezik a kezeletlen kontrollal).

A kísérletek eredményeit az alábbi táblázat mutatja:

| Kikelés előtti hatás: a hatóanyag<br>emulzió-koncentrációja: 70,8 ppm |                                                 |                 |           |          |           |
|-----------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|-----------------|-----------|----------|-----------|
|                                                                       | Vizsgált<br>növény<br>A ható-<br>anyag<br>száma | Nasturti-<br>um | Stellaria | Agrostis | Digitaria |
| 10                                                                    |                                                 |                 |           |          |           |
| 15                                                                    | 1.1                                             | 2               | 2         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.3                                             | 1               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.4                                             | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.7                                             | 2               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.10                                            | 2               | 2         | 1        | 1         |
| 20                                                                    | 1.11                                            | 1               | 7         | 1        | 9         |
|                                                                       | 1.12                                            | 2               | 2         | 2        | 2         |
|                                                                       | 1.13                                            | 1               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.16                                            | 1               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.18                                            | 2               | 1         | 1        | 1         |
| 25                                                                    | 1.19                                            | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.20                                            | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.21                                            | 1               | 3         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.33                                            | 1               | 8         | 1        | 8         |
|                                                                       | 1.42                                            | 1               | 2         | 1        | 2         |
| 30                                                                    | 1.43                                            | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.67                                            | 1               | 3         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.68                                            | 2               | 6         | 2        | 7         |
|                                                                       | 1.70                                            | 1               | 1         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.78                                            | 2               | 2         | 1        | 2         |
| 35                                                                    | 1.79                                            | 3               | 3         | 5        | 2         |
|                                                                       | 1.83                                            | 1               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.85                                            | 1               | 3         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.93                                            | 1               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.94                                            | 1               | 1         | 1        | 1         |
| 40                                                                    | 1.100                                           | 2               | 2         | 2        | 2         |
|                                                                       | 1.101                                           | 2               | 3         | 1        | 3         |
|                                                                       | 1.102                                           | 1               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.109                                           | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.110                                           | 2               | 2         | 2        | 2         |
| 45                                                                    | 1.113                                           | 2               | 4         | 2        | 3         |
|                                                                       | 1.114                                           | 2               | 5         | 3        | 7         |
|                                                                       | 1.130                                           | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.137                                           | 1               | 1         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.139                                           | 2               | 5         | 2        | 7         |
| 50                                                                    | 1.140                                           | 2               | 6         | 2        | 1         |
|                                                                       | 1.144                                           | 3               | 7         | 3        | 3         |
|                                                                       | 1.146                                           | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.148                                           | 2               | 3         | 1        | 3         |
|                                                                       | 1.149                                           | 1               | 1         | 2        | 2         |
| 55                                                                    | 1.228                                           | 2               | 2         | 2        | 4         |
|                                                                       | 1.231                                           | 2               | 3         | 2        | 3         |
|                                                                       | 1.286                                           | 6               | 4         | 6        | 7         |
|                                                                       | 1.292                                           | 2               | 2         | 2        | 5         |
|                                                                       | 1.297                                           | 2               | 6         | 2        | 7         |
| 60                                                                    | 1.310                                           | 1               | 2         | 1        | 2         |
|                                                                       | 1.317                                           | 1               | 2         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.342                                           | 2               | 9         | 2        | 8         |
|                                                                       | 1.352                                           | 2               | 3         | 2        | 3         |
|                                                                       | 1.375                                           | 1               | 1         | 1        | 1         |
| 65                                                                    | 1.381                                           | 1               | 1         | 1        | 1         |
|                                                                       | 1.384                                           | 1               | 1         | 1        | 1         |

**Kikelés előtti hatás: a hatóanyag  
emulzió-koncentrációja: 70,8 ppm**

| Vizsgált<br>növény<br>A ható-<br>anyag<br>száma | Nasturti-<br>um | Stellaria | Agrostis | Digitaria |
|-------------------------------------------------|-----------------|-----------|----------|-----------|
| 1.387                                           | 3               | 6         | 3        | 6         |
| 1.390                                           | 1               | 2         | 1        | 2         |
| 1.395                                           | 2               | 2         | 1        | 4         |
| 1.401                                           | 1               | 6         | 1        | 6         |
| 1.441                                           | 2               | 1         | 1        | 2         |
| 1.492                                           | 2               | 2         | 1        | 3         |
| 1.493                                           | 3               | 5         | 3        | 6         |
| 1.494                                           | 2               | 2         | 3        | 4         |
| 1.495                                           | 1               | 2         | 1        | 3         |
| 1.496                                           | 2               | 1         | 1        | 2         |
| 1.497                                           | 2               | 6         | 2        | 7         |
| 2.4                                             | 2               | 8         | 2        | 8         |
| 3.1                                             | 1               | 1         | 1        | 1         |
| 5.1                                             | 2               | 7         | 3        | 9         |

5

10

15

20

**6. példa**  
**Szelektivitás kikelés előtti alkalmazás esetén**

Melegházban különböző egyszikű és kétszikű gyomnövények és haszonnövények magvait 11 cm átmérőjű cserepekbe ültették. Közvetlen ezután a cserepekben lévő talaj felületét a hatóanyag 0,001 tömeg%-os vizes diszperziójával vagy oldatával kezelték. A kísérletben 0,250, 0,125 és 0,06 kg hatóanyag/hektár dózisnak megfelelő mennyiséget alkalmaztunk. A cserepeket ezután 22–25 °C hőmérsékletű és 50–70% relatív nedvességtartalmú melegházban tartottuk. Három hét elteltével a kísérletet kiértékeltek, és a hatást az 5. példában megadottak szerint minősítették.

| Hatóanyag és alkalmazási mennyisége<br>kg/ha | 1.1 sz.<br>hatóanyag |      |     | 1.2 sz.<br>hatóanyag |      |      | 1.5 sz.<br>hatóanyag |      |      | 1.18 sz.<br>hatóanyag |      |      |
|----------------------------------------------|----------------------|------|-----|----------------------|------|------|----------------------|------|------|-----------------------|------|------|
| Vizsgált növény                              | 0,25                 | 0,12 | 0,6 | 0,25                 | 0,12 | 0,06 | 0,25                 | 0,12 | 0,06 | 0,25                  | 0,12 | 0,06 |
| Mais                                         | 2                    | 3    | 4   | 8                    | 9    | 9    | 4                    | 6    | 7    | 3                     | 3    | 5    |
| Avena fatua                                  | 2                    | 2    | 2   | 2                    | 2    | 2    | 3                    | 4    | 5    | 3                     | 4    | 7    |
| Alopecurus myos.                             | 2                    | 2    | 2   | 2                    | 2    | 2    | 2                    | 2    | 3    | 3                     | 3    | 4    |
| Echinochloa c.g.                             | 2                    | 2    | 3   | 4                    | 4    | 4    | 2                    | 2    | 4    | 2                     | 2    | 2    |
| Cyperus escul.                               | 1                    | 1    | 1   | 1                    | 2    | 2    | 2                    | 3    | 4    | 3                     | 3    | 4    |
| Szója                                        | 6                    | 7    | 9   | 4                    | 5    | 6    | 7                    | 9    | 9    | 7                     | 7    | 7    |
| Abutilon                                     | 1                    | 1    | 3   | 1                    | 1    | 1    | 3                    | 3    | 3    | 2                     | 2    | 3    |
| Xanthium Sp.                                 | 2                    | 3    | 4   | 1                    | 1    | 2    | 4                    | 4    | 8    | 4                     | 4    | 4    |
| Chenopodium Sp.                              | 3                    | 3    | 3   | 1                    | 2    | 3    | 4                    | 4    | 4    | 2                     | 2    | 3    |
| Sinapis                                      | 2                    | 2    | 2   | 1                    | 1    | 1    | 2                    | 2    | 2    | 3                     | 4    | 4    |
| Stellaria                                    | 3                    | 3    | 3   | 2                    | 2    | 2    | 3                    | 3    | 3    | –                     | –    | –    |
| Chrysanth. leuc.                             | 2                    | 2    | 2   | 2                    | 2    | 2    | 2                    | 3    | 3    | –                     | –    | –    |
| Galium aparine                               | 2                    | 3    | 3   | 2                    | 2    | 2    | 2                    | 3    | 3    | 3                     | 3    | 3    |
| Viola tricolor                               | 2                    | 2    | 2   | 2                    | 2    | 2    | 3                    | 3    | 3    | 2                     | 2    | 2    |
| Veronica Sp.                                 | 2                    | 2    | 2   | 1                    | 1    | 1    | 1                    | 1    | 1    | –                     | –    | –    |

– = nem vizsgáltuk.

**7. példa**

**Kikelés utáni herbicid hatás vizsgálata (kontakt  
hatás)**

50

Különböző egyszikű és kétszikű gyomokat illetve haszonnövényeket kikelés után 4–6 leveles állapotukban a hatóanyagok 0,5 kg/hektár dózisnak

megfelelő mennyiségű 0,001 tömeg%-os vizes diszperziójával permetezzünk be, majd 24–26 °C hőmérsékleten, 45–60% relatív nedvességtartalom mellett tartottuk. 15 nappal a kezelés után a kísérletet kiértékeltek, és az 5. példában megadottak szerint minősítettük. Az eredményeket az alábbi táblázat ismerteti:

**Kikelés utáni hatás:**

Alkalmazott mennyiség: 0,5 kg hatóanyag/hektár

| Hatóanyag<br>száma | Avena | Setaria | Lolium | Solanum | Sinapis | Stellaria | Phaseolus |
|--------------------|-------|---------|--------|---------|---------|-----------|-----------|
| 1.1                | 3     | 4       | 4      | 4       | 3       | 3         | 7         |
| 1.2                | 3     | 3       | 4      | 3       | 3       | 2         | 3         |
| 1.5                | 5     | 4       | 5      | 3       | 4       | 4         | 7         |

## 8. példa

## Növekedésszabályozás szójababon

A 6:3:1 arányú föld-tőzeg-homok-eleggyel töltött műanyag tartályokba „Hark”-típusú szójababot ültettünk, és az edényeket klímaterbe helyeztük. A hőmérséklet-megvilágítás, műtrágyaadagolás és öntözés optimális megválasztásával a növények körülbelül 5 hét alatt 5–6 trifóliás-levéll állapotba kerültek. Ekkor a növényeket az 1.1 számú vegyület 0,001 tömeg%-os vizes szuszpenziójával alapos megnedvesedésig bepermeteztük. Az alkalmazott hatóanyag mennyisége megfelelt 100 g/hektár dózisnak. A kiértékelést az adagolás utáni 5. hét elteltével végeztük. A kezeletlen kontrollnövényekhez képest a találmány szerinti (I) általános képletű hatóanyagokat tartalmazó készítményekkel kezelt növényeken a főhajtáson lévő termések száma és súlya jelentősen megnövekedett. Az eredményeket az alábbi táblázat mutatja:

| Hatóanyag száma | Alkalmazott dózis | A főhajtás termései a kontroll %-ában | súly |
|-----------------|-------------------|---------------------------------------|------|
|                 |                   | súly                                  |      |
| 1.1             | 3                 | 110                                   | 112  |
|                 | 10                | 120                                   | 118  |
|                 | 30                | 110                                   | 112  |
| kontroll        | 0                 | 100                                   | 100  |

## 9. példa

## Növekedésgátlás gabonán

Steril földdel töltött műanyag cserepekbe *Hordeum vulgare* (nyári árpa) és *Sociale* (nyári rozs) növényeket ültettünk, és a cserepeket melegházban tartottuk, és szükség szerint öntöztük. A kihajtott kezdeményeket körülbelül 21 nappal a kihajtás után az 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.18 és 1.102 számú vegyületek 0,001 tömeg%-os vizes permetlevélével permeteztük. A hatóanyag-mennyiség 50 g hatóanyag/hektár dózisnak felelt meg. 21 nappal a kezelés után a gabonafélék növekedését a kezelt növények esetén a kezeletlen kontrollokhoz viszonyítva a további növekedés jelentősen lecsökkent, és a szár átmérője részben növekedett. Az eredményeket az alábbi táblázat szemlélteti.

| Hatóanyag száma | növekedés a kontroll %-ában | rozs              |
|-----------------|-----------------------------|-------------------|
|                 | árpa                        | 50 g hatóanyag/ha |
|                 | 50 g hatóanyag/ha           |                   |
| 1.1             | –                           | 60                |
| 1.2             | 0                           | –                 |
| 1.3             | 100                         | 85                |
| 1.4             | 70                          | 85                |
| 1.5             | 60                          | –                 |
| 1.18            | 50                          | 70                |
| 1.102           | 15                          | 90                |
| kontroll        | 100                         | 100               |

– nem vizsgáltuk.

## 10. példa

## Növekedésgátlás fűvön

A 6:3:1 arányú föld-tőzeg-homok-eleggyel töltött műanyag tálcákba *Lolium perenne*, *Poy pratensis*, *Festuca ovina*, *Dactylis glomerata* és *Cynodon dactylon* fűfajták elegyét ültettük, és melegházban tartottuk, szükség esetén öntöztük. A kihajtott fűféléket hetenként 4 cm magasságig visszavágtuk, és körülbelül 50 nappal a kikelés és 1 nappal az utolsó nyírás után az 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, 1.19, 1.102 számú vegyületek 0,001 tömeg%-os vizes permetlevélével permeteztük. A hatóanyag-mennyiség 50 g hatóanyag/hektár dózisnak felelt meg. 21 nappal a kezelés után a fűfélék növekedését meghatároztuk. Az (I) általános képletű vegyületeket tartalmazó készítmények jelentős mértékben csökkentették az újranovekedést a kezeletlen kontrollokhoz képest. Az eredményeket az alábbi táblázat mutatja:

| Hatóanyag száma | Újranovekedés a kontroll %-ában |
|-----------------|---------------------------------|
|                 | Fűelegy 50 g hatóanyag/ha       |
| 1.1             | 16                              |
| 1.2             | 15                              |
| 1.3             | 65                              |
| 1.4             | 15                              |
| 1.5             | 60                              |
| 1.18            | 40                              |
| 1.102           | 10                              |
| kontroll        | 100                             |

Az alábbi kísérleteket a találmány szerinti készítményekkel és a EP-A-9419. számú európai szabadalmi bejelentésben ismertetett hatóanyagokat tartalmazó készítményekkel szójababkultúrákban végeztük. Az eredményeket a táblázatok ismertetik.

A kísérletsorozathoz a találmány szerinti készítmények hatóanyagait úgy választottuk ki, hogy azok szerkezete az EP-A-9419. számú európai szabadalmi bejelentésben ismertetett vegyületek szerkezetéhez közelállóak legyenek. A készítményeket melegházban szójababnövényen és a szójanövényhez társuló fontos gyomnövényeken vizsgáltuk melegházban.

A következő vegyületeket tartalmazó készítmények herbicid hatását vizsgáltuk: N-(2-klór-fenil-szulfonil)-N'-[4-metil-6-(2,2,2-trifluor-etoxi)-pirimidin-2-il]-karbamid [(a) képletű vegyület], az (a) képletű vegyület az EP-A-9419. számú európai szabadalmi leírásban, 11. oldal, 24. sor, 1-A táblázat 2. vegyülete és az N-(2-nitro-fenil-szulfonil)-N'-[4-metil-6-(2,2,2-trifluor-etoxi)-pirimidin-2-il]-karbamid, [(b) képletű vegyület] a (b) képletű vegyület az EP-A-9419. számú európai szabadalmi bejelentésben, 12. oldal, 10. sor, 1-A táblázat 19. vegyülete: N-(2-klór-fenil-szulfonil)-N'-[4-metil-6-(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamid, a találmány szerinti készítményben lévő 1.5 számú vegyület és az N-(2-klór-fenil-szulfonil)-N'-[4-metil-6-(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamid, a találmány szerinti készítményben lévő 1.18 számú vegyület.

A fentiekben leírt hatóanyagokat a leírás szerinti készítményekké alakítottuk, vízben diszpergáltuk és vízzel hígítottuk a szükséges koncentráció eléréséhez.

A vizsgálatokat az alábbi kísérleti módszerekkel végeztük.

#### Preemergens kísérlet

Szójánövény és a következő gyomnövények *Avena fatua*, *Alopecurus myos.*, *Echinochloa c.g.*, *Abutilon*, *Xanthium sp.*, *Chenopodium sp.*, *Ipomea*, *Sinapis*, *Galium aparine*, és *Viola tricolor* magvait 11 cm átmérőjű edénybe vetettük melegházban. Ezt követően azonnal kezeltük a föld felületét a hatóanyagot tartalmazó készítmény vizes diszperziójával vagy oldatával. A kísérletben 250 g, 125 g és 60 g hatóanyag/hektár adagot alkalmaztunk. Az edényeket 22–25 °C-on és 50–70% relatív nedvességtartalmú melegházban tartottuk. 3 hét után kiértékeljük az eredményt és a hatást az alábbiak szerint minősítettük.

- 1: a növények nem csíráztak ki vagy teljesen elpusztultak,
- 2–3: nagyon erős hatás,
- 4–6: közepes hatás,
- 7–8: gyenge hatás,
- 9: nincsen hatás (meggyezik a kezeletlen kontrollal).

#### Postemergens kísérlet

Szójánövényeket valamint a következő gyomnövényeket: *Avena fatua*-t, *Alopecurus myos*-t, *Echinochloa c.g.*-t, *Cyperus excul.*-t, *Sinapis*-t, *Galium aparinet* és *Viola tricolor* kezelés után, 4–6 leveles stádiumban a hatóanyag vizes diszperziójával, – 500, 250 és 125 g hatóanyag/hektár dózissal – kezeltük és 24° és 26° közötti hőmérsékleten és 45–60 (relatív nedvességtartalmú melegházban tartottuk. A kezelés után 15 nappal a kísérleteket kiértékeljük és a preemergens kísérleteknél megadottak szerint minősítettük.

#### Kísérleti eredmények Preemergens kísérlet:

| A felhasznált hatóanyag, g/hektár | 1.5 sz. vegyület | (a) képletű vegyület |    |     |     |    |
|-----------------------------------|------------------|----------------------|----|-----|-----|----|
| A vizsgált növény                 | 250              | 125                  | 60 | 250 | 125 | 60 |
| Szója                             | 7                | 9                    | 9  | 6   | 8   | 9  |
| <i>Avena fatua</i>                | 3                | 4                    | 5  | 6   | 7   | 8  |
| <i>Alopecurus myos.</i>           | 2                | 2                    | 3  | 6   | 7   | 8  |
| <i>Echinochloa c.g.</i>           | 2                | 2                    | 4  | 5   | 7   | 8  |
| <i>Cyperus excul.</i>             | 2                | 3                    | 4  | 4   | 6   | 7  |
| <i>Abutilon</i>                   | 3                | 3                    | 3  | 3   | 4   | 6  |
| <i>Xanthium Sp.</i>               | 4                | 4                    | 8  | 7   | 8   | 9  |
| <i>Chenopodium Sp.</i>            | 4                | 4                    | 4  | 2   | 3   | 3  |
| <i>Ipomoea</i>                    | 5                | 7                    | 8  | 7   | 7   | 8  |
| <i>Sinapis</i>                    | 2                | 2                    | 2  | 2   | 2   | 3  |
| <i>Galium aparine</i>             | 2                | 3                    | 3  | 4   | 6   | 6  |
| <i>Viola tricolor</i>             | 3                | 3                    | 3  | 7   | 7   | 8  |

#### Kísérleti eredmények Preemergens kísérlet:

| 5  | A felhasznált ható-<br>anyag, g/hektár | 1.18 sz.<br>vegyület |     |    | (b) képletű<br>vegyület |     |    |
|----|----------------------------------------|----------------------|-----|----|-------------------------|-----|----|
|    | A vizsgált növény                      | 250                  | 125 | 60 | 250                     | 125 | 60 |
|    | Szója                                  | 7                    | 7   | 7  | 3                       | 3   | 4  |
| 10 | Avena fatus                            | 3                    | 4   | 7  | 2                       | 3   | 3  |
|    | Alopecurus myos.                       | 3                    | 3   | 4  | 3                       | 3   | 3  |
|    | Echinochloa c.g.                       | 2                    | 2   | 2  | 2                       | 2   | 2  |
|    | Cyperus escul.                         | 3                    | 3   | 4  | 2                       | 3   | 3  |
|    | Abutilon                               | 2                    | 2   | 3  | 2                       | 2   | 3  |
| 15 | Xanthium Sp.                           | 4                    | 4   | 4  | 3                       | 4   | 4  |
|    | Chenopodium Sp.                        | 2                    | 2   | 3  | 2                       | 2   | 2  |
|    | Ipomoea                                | 3                    | 4   | 5  | 3                       | 3   | 5  |
|    | Sinapis                                | 3                    | 4   | 4  | 2                       | 2   | 2  |
|    | Galium aparine                         | 3                    | 3   | 3  | 4                       | 4   | 4  |
| 20 | Viola tricolor                         | 2                    | 2   | 2  | 3                       | 3   | 4  |

#### Kísérleti eredmények Postemergens kísérlet:

| 25 | Alkalmazott ható-<br>anyag, g/hektár | 1.5 sz.<br>vegyület |     |     | (a) képletű<br>vegyület |     |     |
|----|--------------------------------------|---------------------|-----|-----|-------------------------|-----|-----|
|    | A vizsgált növény                    | 500                 | 250 | 125 | 500                     | 250 | 125 |
| 30 | Szója                                | 8                   | 9   | 9   | 5                       | 6   | 7   |
|    | Avena fatus                          | 3                   | 6   | 8   | 8                       | 9   | 9   |
|    | Alopecurus myos.                     | 4                   | 4   | 9   | 7                       | 8   | 9   |
|    | Echinochloa c.g.                     | 2                   | 2   | 3   | 6                       | 7   | 7   |
|    | Cyperus escul.                       | 3                   | 5   | 9   | 3                       | 3   | 4   |
|    | Sinapis                              | 2                   | 2   | 4   | 2                       | 2   | 3   |
| 35 | Galium aparine                       | 4                   | 4   | 8   | 6                       | 7   | 7   |
|    | Viola tricolor                       | 4                   | 4   | 9   | 8                       | 9   | 9   |

#### Kísérleti eredmények Postemergens kísérlet:

| 40 | Alkalmazott ható-<br>anyag, g/hektár | 1.18 sz. |     |     | (b) képletű |     |     |
|----|--------------------------------------|----------|-----|-----|-------------|-----|-----|
|    |                                      | vegyület |     |     | vegyület    |     |     |
|    | A vizsgált növény                    | 500      | 250 | 125 | 500         | 250 | 125 |
| 45 | Szója                                | 5        | 7   | 7   | 3           | 3   | 4   |
|    | Avena fatus                          | 4        | 5   | 6   | 3           | 5   | 6   |
|    | Alopecurus myos.                     | 3        | 3   | 3   | 2           | 3   | 5   |
|    | Echinochloa c.g.                     | 3        | 3   | 3   | 2           | 3   | 4   |
|    | Cyperus escul.                       | 3        | 3   | 3   | 3           | 3   | 3   |
|    | Sinapis                              | 2        | 3   | 3   | 1           | 1   | 1   |
| 50 | Galium aparine                       | 2        | 2   | 2   | 3           | 4   | 6   |
|    | Viola tricolor                       | 3        | 4   | 4   | 2           | 3   | 3   |

Az 1.5 és az 1.18 számú vegyületeket tartalmazó készítmények mind a kikelés előtti, mind pedig a kikelés utáni kísérletekben lényegesen kedvezőbb szelektív hatásúak mint az (a) és a (b) képletű vegyületek szójakultúrában. az (a) és a (b) képletű vegyületek a szójánövényeket és a gyomnövényeket megközelítően azonos mértékben károsítottuk, viszont a találmány szerinti készítményekben lévő 1.5 és 1.18 számú vegyületek a szójánövény növekedését sokkal kevésbé zavarták. Az (a) és a (b) képletű vegyületek szelektív hatású herbicidként tehát nem alkalmazhatók; az 1.5 és az 1.18 számú vegyülete-

65

ket tartalmazó készítmények kiváló eredménnyel alkalmazhatók herbicidként szójakultúrában.

### Szabadalmi igénypontok

1. Herbicid és növényi növekedést szabályozó készítmény, *azzal jellemezve*, hogy 27–99,99 tömeg% vívőanyag, előnyösen víz, kóvasav, talkum, nátrium-klorid, ciklohexanon, xilol és kaolin, 0–28 tömeg% egyéb adalékanyag, előnyösen nátrium-ligninszulfonát, nátrium-lauril-szulfát, nátrium-diizobutil-naftalinszulfonát, oktil-fenol-poli(etilén-glikol)-éter, kalcium-dodecil-benzolszulfonát, ricinusolaj-poli(glikol-éter), karboxi-metil-cellulóz, poli(etilén-glikol), etilén-glikol, nonil-fenol-poli(etilén-glikol)-éter, vizes formaldehid-oldat, szilikonolaj vagy izopropil-amin mellett hatóanyagként 0,001–60 tömeg% legalább egy (I) általános képletű 1-(aril-szulfonil)-3-pirimidinil-karbamid-származékot tartalmaz, amelynek képletében

X jelentése (A') általános képletű csoport vagy (B) képletű csoport,

Y jelentése 1–3 szénatomos alkil-, 1–3 szénatomos halogén-alkil-, 1–3 szénatomos alkoxi-, 1–3 szénatomos halogén-alkoxi-, 1–3 szénatomos alkiltio-csoport, halogénatom vagy  $-N(CH_3)_2$  képletű csoport,

Z oxigénatom,

$R_1$  hidrogén- vagy halogénatom, nitro-, 1–4 szénatomos halogén-alkil-, 1–4 szénatomos alkil-, 1–4 szénatomos alkoxics csoport, amino-, 1–4 szénatomos alkil-tio-, 1–4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport,  $-SO_2N(CH_3)_2$  képletű csoport, benzil-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-, 1–3 halogénatommal helyettesített 1–4 szénatomos alkoxi-szulfonil-csoport vagy adott esetben 1–3 halogénatommal vagy egy 1–3 szénatomos alkoxics csoporttal helyettesített (1–5 szénatomos alkoxi)-karbonil-csoport,

$R_2$  hidrogénatom, fluor-, klóratom, nitro-, metil-, vagy metoxics csoport,

$R_3$  jelentése hidrogén- vagy klóratom,

$R_{18}$  hidrogénatom vagy 1–3 szénatomos alkil-csoport. (Elsőbbsége: 1983. 01. 10.)

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként olyan (I) általános képletű 1-(aril-szulfonil)-3-pirimidinil-karbamid-származékot tartalmaz, amelynek képletében

X jelentése (A') általános képletű csoport vagy (B) képletű csoport,

Y jelentése 1–3 szénatomos alkil-, 1–3 szénatomos halogén-alkil-, 1–3 szénatomos alkoxi-, 1–3 szénatomos halogén-alkoxi-csoport, halogénatom vagy  $-N(CH_3)_2$  képletű csoport,

Z oxigénatom,

$R_1$  jelentése hidrogén- vagy halogénatom, nitro-, 1–4 szénatomos halogén-alkil-, 1–4 szénatomos alkil-, 1–4 szénatomos alkoxics csoport, amino-, 1–4 szénatomos alkil-tio-, 1–4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport,  $-SO_2N(CH_3)_2$  képletű csoport, benzil-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-, 1–3 halogénatommal helyettesített 1–4 szénatomos

alkoxi-szulfonil-csoport vagy adott esetben 1–3 halogénatommal vagy egy 1–3 szénatomos alkoxics csoporttal helyettesített 1–5 szénatomos alkoxi-karbonil-csoport,

5  $R_2$  hidrogénatom, fluor-, klóratom, nitro-, metil-, vagy metoxics csoport,

$R_3$  jelentése hidrogén- vagy klóratom,

$R_{18}$  hidrogénatom vagy 1–3 szénatomos alkil-csoport. (Elsőbbsége: 1982. 09. 02.)

10 3. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként olyan (I) általános képletű 1-(aril-szulfonil)-3-pirimidinil-karbamid-származékot tartalmaz, amely képletben

15 X jelentése (A) általános képletű csoport vagy (B) képletű csoport,

$R_{18}$  jelentése hidrogénatom,

Y jelentése metil-, etil-, metoxi-, etoxi-, difluor-metoxi-, dimetil-amino-csoport,

Z jelentése oxigénatom,

20  $R_1$  jelentése hidrogénatom, fluor-, klór-, vagy jódatom, nitro-, trifluor-metil-, 1–4 szénatomos alkil-, 1–4 szénatomos alkoxics csoport, amino-, 1–4 szénatomos alkil-tio-, 1–4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport,  $-SO_2-N(CH_3)_2$  képletű csoport, benzil-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkenil)-oxi-karbonil-, (3–5 szénatomos alkinil)-oxi-karbonil-csoport, 1–4 szénatomos alkoxi-szulfonil-csoport vagy adott esetben 1–3 halogénatommal vagy egy 1–3 szénatomos alkoxics csoporttal helyettesített (1–5 szénatomos alkoxi)-karbonil-csoport,

30  $R_2$  jelentése hidrogén-, fluor-, klóratom, nitro-, metil- vagy metoxics csoport,

$R_3$  jelentése hidrogén- vagy klóratom (Elsőbbsége: 1982. 01. 11.)

35 4. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan hatóanyagot tartalmaz, amelynek (I) általános képletében

X jelentése egy (A) általános képletű csoport, ahol  $R_1$ ,  $R_2$  és  $R_3$  jelentése a 3. igénypontban megadott és

40 Z, Y és  $R_{18}$  jelentése a 3. igénypontban megadott. (Elsőbbsége: 1982. 01. 11.)

5. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan hatóanyagot tartalmaz, amelynek (I) általános képletében

Y jelentése legfeljebb 2 szénatomot tartalmazó alkil-, alkoxics csoport vagy difluor-metoxi-csoport, és

50 X, Z és  $R_{18}$  jelentése a 3. igénypontban megadott. (Elsőbbsége: 1982. 01. 11.)

6. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan hatóanyagot tartalmaz, amelynek (I) általános képletében

55  $R_{18}$  jelentése hidrogénatom vagy metilcsoport, X, Y és Z jelentése a 2. igénypont szerinti. (Elsőbbsége: 1982. 09. 02.)

7. Az 1. igénypont szerinti készítmény *azzal jellemezve*, hogy olyan hatóanyagot tartalmaz, amelynek (I) általános képletében

60 X jelentése (A) általános képletű csoport, ahol  $R_3$  és  $R_2$  jelentése hidrogénatom, és Y, Z,  $R_1$  és  $R_{18}$  jelentése a 3. igénypontban megadott. (Elsőbbsége: 1982. 01. 11.)

8. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként N-(2-klór-fenil-szul-

fonil)-N'-[4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamidot, N-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-N'-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il]-karbamidot, N-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-N'-[4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamidot, N-[2-(metoxi-karbonil)-fenil-szulfonil]-N'-(4-(difluor-metoxi)-6-metoxi-pirimidin-2-il)-karbamidot, vagy N-[2-(nitro-fenil)-szulfonil]-N'-[4-(difluor-metoxi)-6-metil-pirimidin-2-il]-karbamidot tartalmaz. (Elsőbbsége: 1982. 01. 11.)

9. Eljárás az (I) általános képletű N-(aril-szulfonil)-N'-pirimidinil-karbamid-származékok előállítására, ahol a képletben X, Y, Z és R<sub>18</sub> az 1. igénypontban megadott, *azzal jellemezve*, hogy

a) egy (IV) általános képletű aril-szulfonil-izocianátot a képletben X és Z jelentése az 1. igénypontban megadott, adott esetben valamely bázis jelenlétében egy (V) általános képletű amino-pirimidinnel reagáltatunk, a képletben R<sub>18</sub> és Y az 1. igénypontban megadott, vagy

b) valamely (II) általános képletű aril-szulfonamidot, adott esetben bázis jelenlétében egy (VI) általános képletű izocianáttal reagáltatunk, a képletben X, Y és Z az 1. igénypontban megadott. (Elsőbbsége: 1983. 01. 10.)

10. Eljárás az olyan (I) általános képletű N-(aril-szulfonil)-N'-pirimidinil-karbamid-származékok

előállítására, ahol a képletben X, Y, Z és R<sub>18</sub> a 2. igénypontban megadott, *azzal jellemezve*, hogy

a) egy (IV) általános képletű aril-szulfonil-izocianátot a képletben X és Z jelentése a 2. igénypontban megadott, adott esetben valamely bázis jelenlétében egy (V) általános képletű amino-pirimidinnel reagáltatunk, a képletben R<sub>18</sub> és Y a 2. igénypontban megadott, vagy

b) valamely (II) általános képletű aril-szulfonamidot, adott esetben bázis jelenlétében egy (VI) általános képletű izocianáttal reagáltatunk, a képletben X, Y és Z a 2. igénypontban megadott. (Elsőbbsége: 1982. 09. 02.)

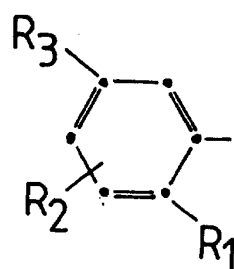
11. Eljárás az olyan (I) általános képletű N-(aril-szulfonil)-N'-pirimidinil-karbamid-származékok előállítására, ahol a képletben X, Z és R<sub>18</sub> a 3. igénypontban megadott, *azzal jellemezve*, hogy

a) egy (IV) általános képletű aril-szulfonil-izocianátot a képletben X és Z jelentése a 3. igénypontban megadott, adott esetben valamely bázis jelenlétében egy (V) általános képletű amino-pirimidinnel reagáltatunk, a képletben R<sub>18</sub> és Y a 3. igénypontban megadott, vagy

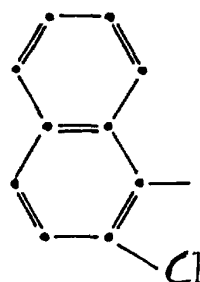
b) valamely (II) általános képletű aril-szulfonamidot, adott esetben bázis jelenlétében egy (VI) általános képletű izocianáttal reagáltatunk, a képletben X, Y és Z a 3. igénypontban megadott. (Elsőbbsége: 1982. 01. 11.)

30

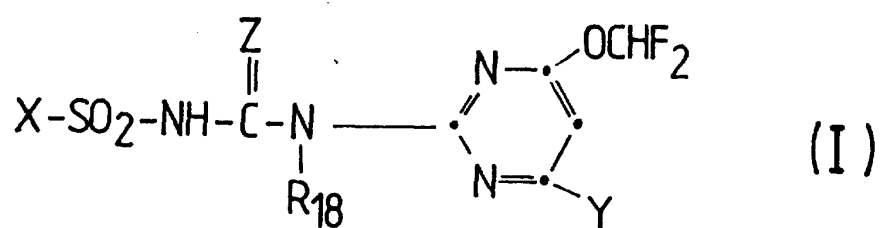
4 oldal rajz



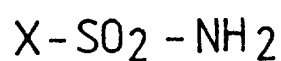
(A)



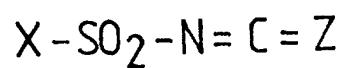
(B)



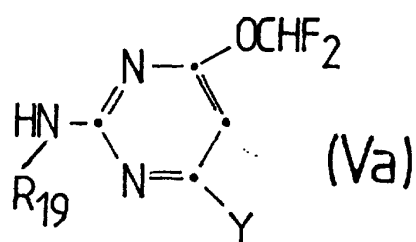
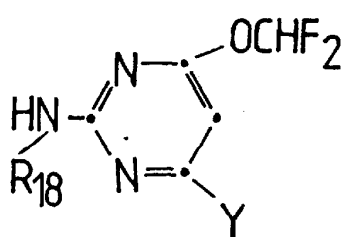
(I)



(II)

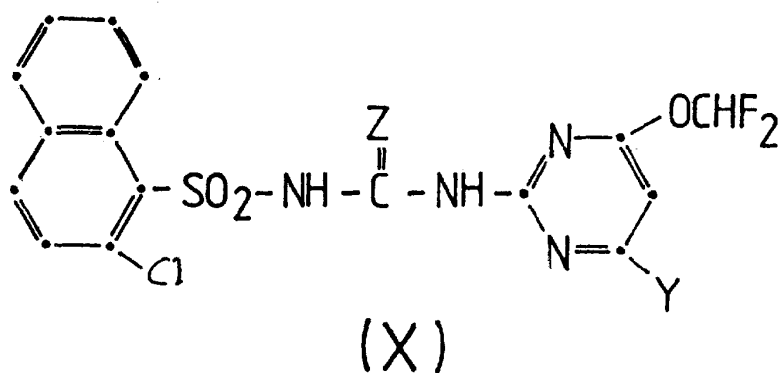
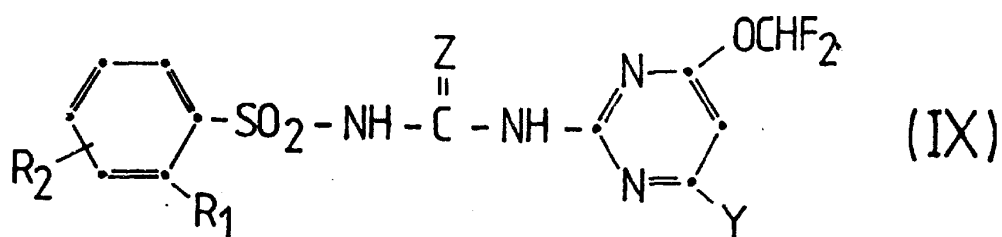
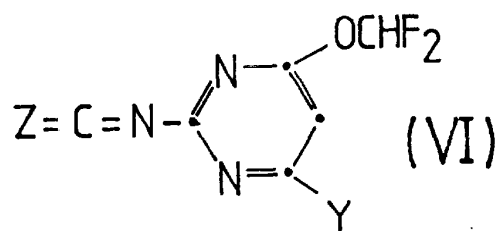
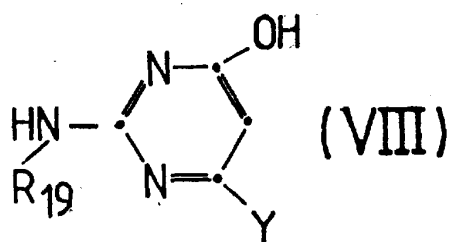


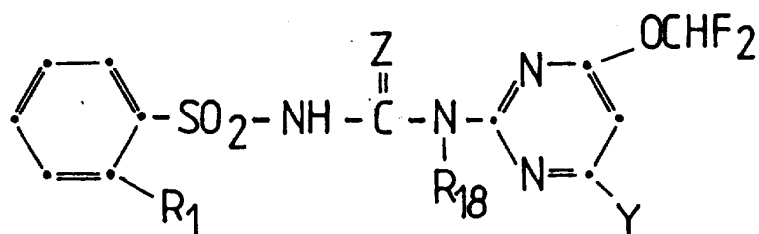
(IV)



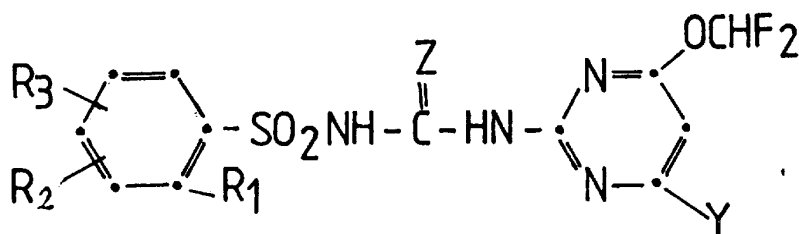
(Va)



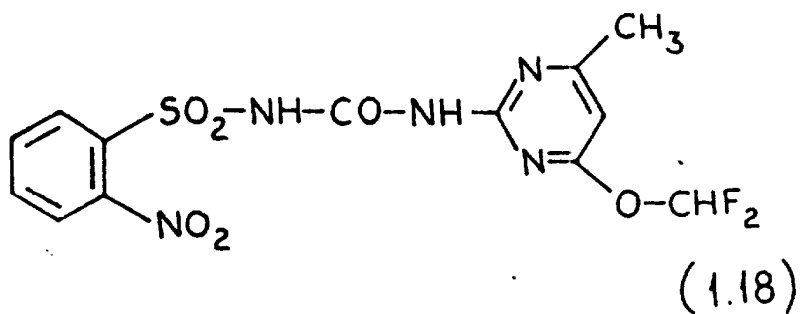
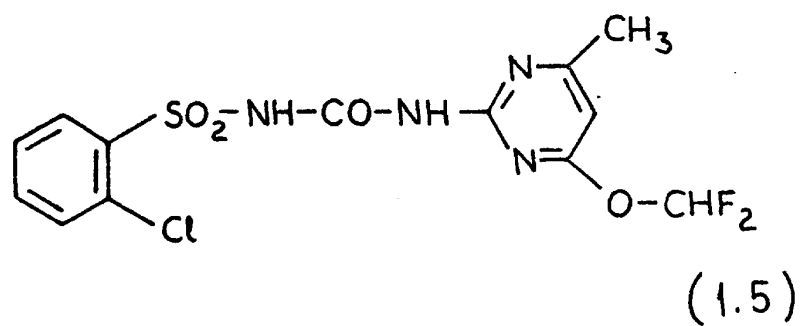
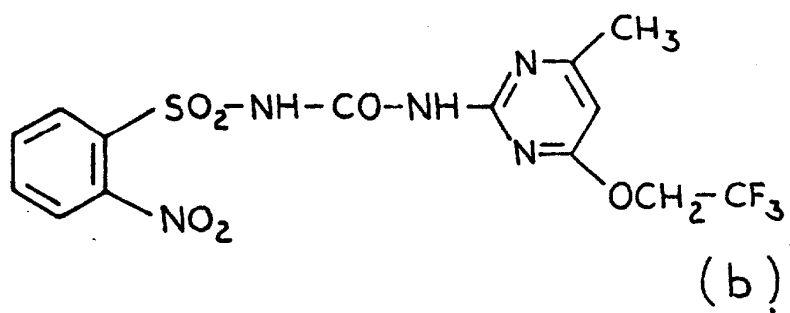
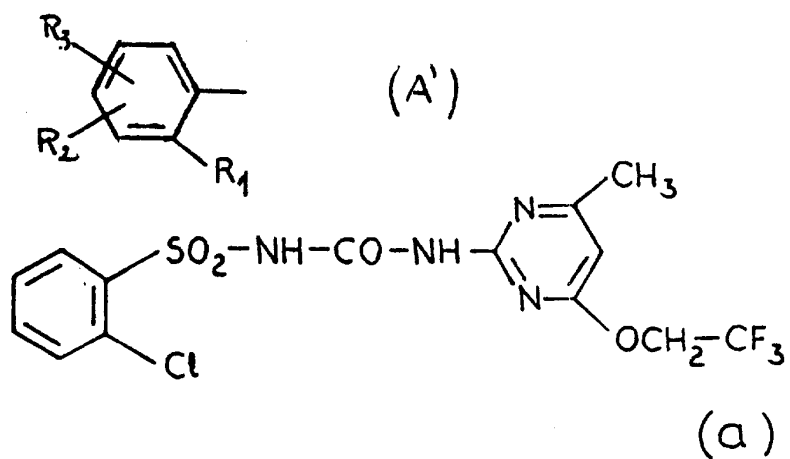




(XI)



(XII)



Kiadja az Országos Találmányi Hivatal  
A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető  
Szedte a Nyomdaipari Fényszedő Üzem (877840/09)  
88-0645 — Dabasi Nyomda, Budapest — Dabas  
Felelős vezető: Bálint Csaba igazgató