

(19)



(10) **LT 3377 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patent numeris: **3377**

(51) Int.Cl.⁵: **A01N 43/54,**
A01N 47/38

(21) Paraiškos numeris: **IP485**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 04 13**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1994 10 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1995 08 25**

(60) SU duomenys: **SU 4355504, 1988 04 14**

(31,32,33) Prioritetas: **1240/85, 1985 03 20, CH**
460/86, 1986 02 06, CH

(72) Išradėjas:
Jean Wenger, CH
Paul Winternitz, CH

(73) Patent savininkas:
CIBA-GEIGY AG, Klybeckstrasse 141, 4002 Basle, CH

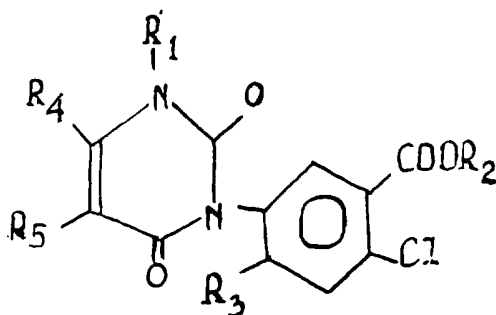
(74) Patentinis patikėtinis:
Liudmila Gerasimovič, 9, J. Basanavičiaus g. 16/5-41, 2009 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:
Kovos su piktžolėmis būdas

(57) Referatas:

Kovos su piktžolėmis būdas, apdorojant augalus arba jų augimo vietas 3 - (4-chlorfenil) - 2,4-diokso - 1, 2, 3, 4 -tetrahidropirimidino dariniais, besiskiriantis tuo, kad siekiant padidinti būdo efektyvumą, 3-(4-chlorfenil) - 2,4-diokso - 1, 2, 3, 4 - tetrahidropirimidino dariniais naudojami pateiktos formulės junginiai,

LT 3377 B



kuriuje R₁ - metilas, etilas, metoksikarbonilas,
R₂ - etilas, izopropilas, n. butilas,
R₃ - vandenilis, fluoras,
R₄ - metilas, etilas, n. propilas, fluormetilas, trifluormetilas, pentafluoretilas,
R₅ - vandenilis, fluoras, chloras, metilas, arba R₄ ir R₅ kartu sudaro tri - arba tetrametilena, kurių kiekis 0,01-3
kg/ha.

Išradimas skirtas augalų apsaugos cheminiams būdams, konkrečiai, kovos su piktžolėmis būdai, apdorojant augalus arba jų augimo vietas 3-(4-chlorfenil)-2,4-diokso-1,2,3,4-tetrahidropirimidino dariniais.

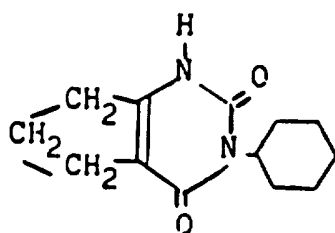
5

Yra žinomas kovos su nepageidautina augaliuja būdas (JAV patentas Nr. 3235363, kl. 71-2.5, publ. 1966), kuriame 1,3-dipakeistų uracilų klasės junginiai ir jų kompozicijos yra taikomi kaip aktyvūs herbicidiniai ingredientai.

10

Prancūzijos patente Nr. 7340682 (kl. A01N 9/22, publ. 1973) taip pat yra aprašomas kovos su piktžolėmis būdas, kuriame herbicidu naudoja mišinį, turintį 3-cikloheksil-5,6-trimetilenuracilą bendros formulės

15



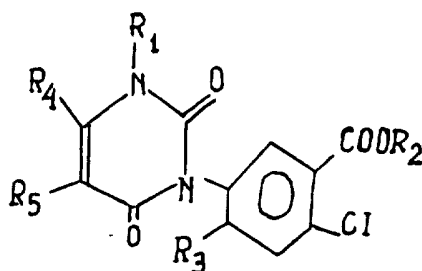
Šio išradimo tikslas yra padidinti būdo efektyvumą.

Tolimesni pavyzdžiai iliustruoja pateiktą būdą.

20

I pavyzdys

(1) formulės junginių gavimas:



(I)

kurioje R_1 - metilas, etilas, metoksikarbonilas,

R_2 - etilas, izopropilas arba n. butilas,

R_3 - vandenilis arba fluoras,

5

R_4 - metilas, etilas, n. propilas, monofluor-
metilas, trifluormetilas arba penta-
fluoretilas,

10

R_5 - vandenilis, fluoras, chloras arba
metilas, arba R_4 ir R_5 kartu sudaro tri-
arba tetrametileną.

15

I tirpalą, kuris paruošiamas 15,0 g 2-chlor-4-fluor-5-
(3,6-dihidro-3,4-dimetil-2,6-diokso-1(2H)-pirimidinil)-
benzoinės rūgšties izopropilo esterio ištirpinant 100
ml acto rūgšties, kambario temperatūroje, maišant, per
viena minutę sulašinama 6,3 g sulforilchlorido. Dėl to
temperatūra pakyla iki 30°C. Po to masė dar maišoma
20 kambario temperatūroje ir po to išgarinama sausai
pažemintame slėgyje. Liekana tirpinama etilacetate, po
to gautas tirpalas praplaunamas paeiliui natrio
bikarbonato vandeniniu tirpalu ir vandeniu. Organinė
fazė išdžiovinama bevandeniu natrio sulfatu ir
25 išgarinama sausai. Gautos nuosėdos perkristalinamos iš
metilenchlorido ir dietilo eterio mišinio. Išdavoje
gaunamas 2-chlor-4-fluor-5-(5-chlor-3,6-dihidro-3,4-
dimetil-2,6-diokso-1(2H)-pirimidinil)-benzoinės
rūgšties izopropilo esteris, kurio lydymosi temperatūra
30 150-153°C (14 junginys).

Analogiškai gaunami (1) junginiai, pateikti 1
lentelėje.

l lentelė

(1) formulės junginiai

Medžiagos, junginio Nr.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Lydimosi temperatūra, °C
1.	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	F	-(CH ₂) ₃	-	111-113
2.	"	"	"	-(CH ₂) ₄	-	113-115
3.	"	C ₂ H ₅	H	CH ₃	H	120-122
4.	"	CH(CH ₃) ₂	F	"	"	-
5.	"	"	"	"	CH ₃	119-120
6.	"	"	"	"	F	112-115
7.	"	"	"	nC ₃ H ₇	H	-
8.	"	"	"	C ₂ H ₅	-	-
9.	"	"	"	"	CH ₃	-
10.	"	"	"	CF ₃	H	-
11.	"	"	"	"	F	66-68
12.	"	"	"	CH ₂ F	"	85-89
13.	COOCH ₃	"	"	(CH ₂) ₃	-	-
14.	CH ₃	CH(CH ₃) ₂	F	CH ₃	CL	150-153
15.	"	"	"	C ₂ F ₅	H	78-81
16.	"	"	"	CF ₃	CI	-
17.	"	"	"	C ₂ F ₅	F	-
18.	"	"	"	"	CI	-
19.	"	"	H	CF ₃	H	104-107
20.	"	C ₂ H ₅	F	"	"	92-94
21.	"	nC ₄ H ₉	"	"	"	-
22.	C ₂ H ₅	CH(CH ₃) ₂	"	CH ₃	"	96-100
23.	"	"	"	CF ₃	"	-

5

(1) junginių ¹H - BMR analizės duomenys: junginys Nr.4 (CDCl₃, 60 MHz), δ, m.d.: 7,88 (d, 1H), 7,38 (d, 1H), 5,77 (C, 1H), 5,30 (m, 1H), 3,50 (C, 3H), 2,36 (C, 3H), 1,40 (d, 6H).

10

Junginys Nr.7 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,88 (d, 1H), 7,34 (d, 1H), 2,53 (t, 2H), 1,72 (m, 2H), 1,36 (d, 6H), 1,10 (t, 3H).

5 Junginys Nr.8 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,84 (d, 1H), 7,34 (d, 1H), 5,75 (s, 1H), 5,25 (M, 1H), 3,45 (s, 3H), 2,61 (m, 2H), 1,36 (d, 6H), 1,31 (t, 3H).

10 Junginys Nr.9 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,82 (d, 1H), 7,33 (d, 1H), 5,23 (m, 1H), 3,51 (s, 3H), 2,71 (m, 2H), 2,04 (s, 3H), 1,35 (d, 6H), 1,28 (t, 3H).

15 Junginys Nr.10 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,84 (d, 1H), 7,37 (d, 1H), 6,38 (s, 1H), 5,25 (m, 1H), 3,57 (d, 3H), 1,36 (d, 6H).

20 Junginys Nr.13 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,84 (d, 1H), 7,36 (d, 1H), 5,24 (m, 1H), 4,03 (s, 3H), 3,02 (m, 2H), 2,79 (m, 2H), 2,16 (m, 2H), 1,36 (d, 6H).

Junginys Nr.16 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,84 (d, 1H), 7,39 (d, 1H), 5,25 (m, 1H), 3,62 (m, 3H), 1,37 (d, 6H).

25 Junginys Nr.17 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,85 (d, 1H), 7,39 (d, 1H), 5,25 (m, 1H), 3,60 (t, 3H), 1,37 (d, 6H).

Priedas.

30 Junginys Nr.18 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,86 (d, 1H), 7,39 (d, 1H), 5,25 (m, 1H), 3,60 (t, 3H), 1,37 (d, 6H).

35 Junginys Nr.19 (CDCl₃, 200 MHz), δ , m.d.: 7,72 (d, 1H), 7,59 (d, 1H), 7,27 (m, 1H), 6,39 (s, 1H), 5,26 (m, 1H), 3,56 (s, 3H), 1,37 (d, 6H).

Junginys Nr.20 (CDCl₃, 400 MHz), δ , m.d.: 7,90 (d, 1H), 7,39 (d, 1H), 6,38 (s, 1H), 3,57 (s, 3H), 1,38 (t, 3H).

Junginys Nr.21 (DMCO, 400 MHz), δ , m.d.: 8,05 (d, 1H), 7,88 (d, 1H), 6,61 (s, 1H), 4,30 (t, 2H), 3,42 (c, 3H), 1,69 (m, 2H), 1,39 (m, 2H), 0,92 (t, 3H).

5

Junginys Nr.22 (CDCl₃, 60 MHz), δ , m.d.: 7,92 (d, 1H), 7,40 (d, 1H), 5,76 (s, 1H), 5,28 (m, 1H), 3,98 (m, 2H), 2,35 (s, 3H), 1,34 (t, 9H).

2 pavyzdys

- 10 Bandomosios piktžolių sėklos sėjamos į sterilizuotą priemolio dirvožemį 0,5-2,0 cm gylyje. Bandymas vykdytas 7x7x7 cm dydžio plastmasiniuose puodeliuose. Kiekvieno iš tiriamų junginių naudojamas 1% acetoninis tirpalas, kuris prieš pat jo panaudojimą praskiedžiamas
- 15 atitinkamu kiekiu vandentiekio vandens. Be to, prie kiekvienos kompozicijos pridedama 5 tūrinio procento jonilfenolio -(8) etoksilato.

- 20 Paskirstytos atskiruose puodeliuose sėklos apipurškiamos tiriamojo junginio tirpalu. Po to bandomos piktžolės kultivuojamos tamsiame šiltnamyje 17-19°C temperatūroje arba atitinkamai šiltnamyje su dirbtiniu apšvietimu 20-25°C temperatūroje, apšviečiant 16 valandų per parą. Santykinė oro drėgmė sudarė 40-90%.
- 25 Po 4 savaičių nuo apipurškimo nustatytas kiekvieno tiriamo junginio herbicidinis efektyvumas, lyginant augalų, išaugančių iš apipurkštų sėklų, nekrozę (augimo vietų sumažėjimą) su nekroze augalų iš sėklų, kurios nebuvo apipurkštos tiriamu junginiu, o visi kiti darbai
- 30 buvo atlikti vienodai. Rezultatai pateikti 2 lentelėje.

2 lentelė

(1) formulės junginių herbicidinis aktyvumas

Junginio Nr.	Dozė kg/ha	Galima šių piktžolių didelė nekrozė, %				
		Avena fatua	Alopecarus myosuroides	Sorghum halepense	Stellaria media	Spomoca purpur
1.	0,1	10	40	20	100	10
	0,3	30	40	90	100	80
	1,0	80	90	100	100	80
	3,0	100	100	100	100	100
2.	0,01	0	0	60	80	0
	0,1	20	50	70	100	0
	0,3	90	100	100	100	40
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
3.	0,1	10	10	0	10	10
	0,3	10	30	10	30	20
	1,0	30	30	50	70	70
	3,0	60	80	100	90	100
4.	0,01	10	10	10	20	10
	0,1	100	70	100	90	40
	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
5.	0,1	10	40	90	10	0
	0,3	100	70	100	70	60
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
6.	0,01	0	0	0	30	0
	0,1	20	50	100	100	50
	0,3	100	100	100	100	70
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
7.	0,1	70	60	70	80	40
	0,3	100	100	100	100	40
	1,0	100	100	100	100	50

2 lentelės tęsinys

Junginio Nr.	Dozė kg/ha	Galima šių piktžolių didelė nekrozė, %				
		Avena fatua	Alopecurus myosuroides	Sorghum halepense	Stellaria media	Spomoca purpur
8.	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	0	0	20	0	0
	0,1	90	70	90	100	60
	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
9.	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	0	10	70	20	20
	0,1	60	90	100	100	70
	0,3	100	100	100	100	70
	1,0	100	100	100	100	100
10.	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	100	100	100	100	100
	0,1	100	100	100	100	100
	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
11.	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	30	30	40	40	20
	0,1	100	100	100	100	100
	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
12.	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	10	20	70	40	30
	0,1	80	80	80	100	60
	0,3	100	100	80	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
13.	3,0	100	100	100	100	100
	0,1	0	0	0	0	0
	0,3	30	20	70	30	20
	1,0	70	80	100	100	70
14.	3,0	100	100	100	100	100
	0,1	30	30	60	20	0
	0,3	100	80	70	70	30

2 lentelės tęsinys

Junginio Nr.	Dozė kg/ha	Galima šių piktžolių didelė nekrozė, %				
		Avena fatua	Alopecurus myosuroides	Sorghum halepense	Stellaria media	Spomoca purpur
15.	1,0	100	80	100	100	60
	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	20	10	20	0	0
	0,1	80	100	100	100	100
	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
16.	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	20	0	0	80	0
	0,1	90	70	100	100	100
	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
17.	0,01	0	0	0	10	0
	0,1	10	20	40	100	10
	0,3	100	100	100	100	30
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
	0,1	10	10	60	10	20
18.	0,3	10	70	70	10	30
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	20	30	100	100	0
	0,1	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
19.	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	0	30	90	100	10
	0,1	100	90	100	100	100
	0,3	100	100	100	100	100
20.	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
	0,01	0	30	90	100	10
	0,1	100	90	100	100	100
	0,3	100	100	100	100	100

2 lentelės tęsinys

Junginio Nr.	Dozė kg/ha	Galima šių piktžolių didelė nekrozė, %				
		Avena fatua	Alopecurus myosuroides	Sorghum halepense	Stellaria media	Spomoca purpur
21.	0,1	10	50	100	100	90
	0,3	30	90	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
22.	0,1	0	10	10	0	0
	0,3	30	40	90	10	0
	3,0	100	100	100	100	-
23.	0,01	0	0	10	10	0
	0,1	60	80	100	100	80
	0,3	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	100	100	100
	3,0	100	100	100	100	100
A ^{X)}	0,01	0	0	0	0	0
	0,1	0	0	0	0	0
	0,3	0	0	0	0	0
	1,0	0	0	0	0	10
	3,0	20	20	10	10	30
B ^{XX)}	0,01	0	0	0	0	0
	0,1	0	0	0	0	0
	0,3	0	0	0	20	10
	1,0	10	30	40	70	30
	3,0	20	40	90	100	30
O ^{XXX)}	0,01	0	0	0	0	0
	0,1	0	0	0	0	0
	0,3	0	0	0	0	0
	1,0	0	10	0	0	20
	3,0	0	20	0	0	60

X) -3-(2,4-dichlorfenil-1,5,6,7-tetrahydro-1-metil-2H-ciklopenta-(d)pirimidin-2,4(3H)-dionas,

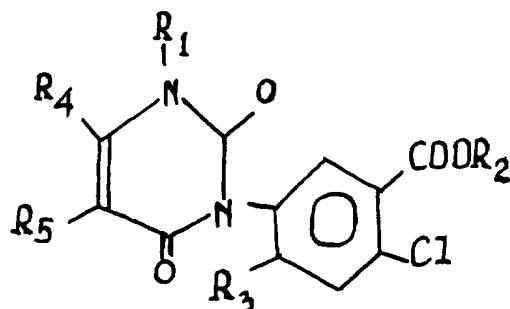
XX) -3-(4-chlor-2-fluorfenil-1,5,6,7-tetrahidro-1-metil-2H-ciklopenta-(d)pirimidin-2,4(3H)-dionas,

5 XXX) -3-(2,4-difluorfenil-1,5,6,7-tetrahidro-1-metil-2H-ciklopenta-(d)pirimidin-2,4(3H)-dionas.

Tokiu būdu, pateiktas būdas pasižymi dideliu efektyvumu, naudojant mažas junginio formas.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

Kovos su piktžolėmis būdas, apdorojant augalus arba jų
 augimo vietas 3-(4-chlorfenil)-2,4-diokso-1,2,3,4-
 5 tetrahidropirimidino dariniais, b e s i s k i r i a n -
 t i s tuo, kad, siekiant padidinti būdo efektyvumą, 3-
 (4-chlorfenil)-2,4-diokso-1,2,3,4-tetrahidropirimidino
 dariniais naudojami pateiktos formulės junginiai,



- kurioje R₁ - metilas, etilas, metoksikarbonilas,
 10 R₂ - etilas, izopropilas, n-butilas,
 R₃ - vandenilis, fluoras,
 15 R₄ - metilas, etilas, n-propilas, fluormetilas,
 trifluormetilas, pentafluormetilas,
 R₅ - vandenilis, fluoras, chloras, metilas,
 arba R₄ ir R₅ kartu sudaro tri- arba
 20 tetrametileną,

kurių kiekis 0,01-3 kg/ha.