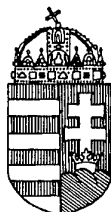


(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

208 962 B

(21) A bejelentés száma: 4537/90
(22) A bejelentés napja: 1990. 07. 18.
(30) Elsőbbségi adatok:
P 39 24 259 1989. 07. 19. DE
P 40 09 481 1990. 03. 22. DE

(51) Int. Cl.⁵

C 07 D 239/60
A 01 N 43/54

(40) A közzététel napja: 1991. 02. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1994. 02. 28. SZKV 94/02

(72) Feltalálók:

dr. Harde, Christoph, Berlin (DE)
dr. Nordhoff, Erhard, Berlin (DE)
dr. Krüger, Anita, Berlin (DE)
dr. Krüger, Gabriele, Berlin (DE)
dr. Tara, Gerhard, Berlin (DE)
dr. Wegner, Peter, Berlin (DE)
dr. Heinrich, Nikolaus, Berlin (DE)
dr. Kötter, Clemens, Berlin (DE)
dr. Johann, Gerhard, Berlin (DE)
dr. Rees, Richard, Berlin (DE)

(73) Szabadalmaz:

Schering Ag. Berlin und Bergkamen,
Berlin (DE)

(74) Képviseelő:

S.B.G. és K. Ügyvédi és Szabadalmi Iroda,
Budapest

(54) **Eljárás szubsztituált alfa-(pirimidinil-oxi)-karbonsav-származékok előállítására, hatóanyagként ilyen vegyületet tartalmazó herbicid készítmény és alkalmazása gyomok irtására**

(57) KIVONAT

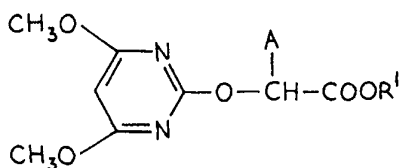
A találmány az (I) általános képletű vegyületek és ezek izomerjei előállítási eljárására vonatkozik, a képletben

A jelentése 1-helyzetben fluoratommal szubsztituált 1-6 szénatomos alkil- vagy 3-6 szénatomos ciklo-alkilcsoport vagy α -metil- α -fluor-benzil-csoport és

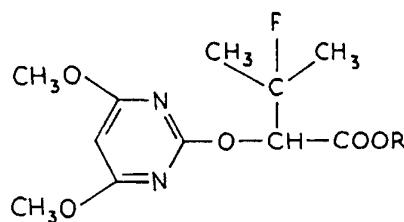
R¹ jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport vagy benzilcsoport.

A találmány kiterjed az (I') általános képletű vegyületet tartalmazó herbicidkészítményekre és ezek alkalmazására gyomok irtására, ahol a képletben

R¹ jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport vagy benzilcsoport.



(I)



(I')

A leírás terjedelme: 12 oldal (ezen belül 4 lap ábra)

HU 208 962 B

A találmány új, szubsztituált α -pirimidinil-oxi-karbonsav-származékok előállítására, valamint ezek herbicid hatású szerként való alkalmazására vonatkozik.

Ismeretes, hogy a pirimidin-származékok herbicid hatással rendelkeznek (0 223 406, 0 249 707, 0 249 708, 0 287 072 és 0 287 079 számú európai szabadalmi bejelentések). Az ismert vegyületek herbicid hatása azonban gyakran nem kielégítő, illetve megfelelő herbicid hatás esetén szelektivitási problémák jelentkeznek a fő mezőgazdasági kultúrákban.

Az EP-A-0 347 811 számú nyomtatványban (A) általános képletű vegyületek oltalmát igénylik, ahol *többek között*

X₁ jelentése oxigénatom,

A₁ és B₁ jelentése alkoxicsoport,

Z₁ jelentése =CH- csoport vagy nitrogénatom,

R₁ jelentése hidrogénatom vagy észtercsoport és

R₂ jelentése -CR₂R₃R₄ általános képletű csoport, mellette R₂ és R₃ gyűrűt is képezhet vagy egyenként alkilcsoportot képvisel és R₃ *többek között*, hidrogénatomot, halogénatomot alkil- vagy halogén-alkil-csoportot jelenthet.

Ebben a nyomtatványban nem szerepel olyan példa, hogy a vegyületben R₃ halogénatom, amennyiben R₂ és R₄ együtt gyűrűt képez vagy mindkettő alkilcsoportot képviselne. Nincs továbbá olyan példa sem, ahol R₃ fluoratomot jelent.

Az EP-A-0 400 741 számú nyomtatványban is pirimidinil-oxi-karbonsavakat ismertettek, ezek azonban α -helyzetben nem tartalmaznak fluoratommal szubsztituált alkil- vagy cikloalkil-csoportot.

Az EP-A-0 409 368 számú nyomtatvány pirimidinil-oxi- és -tio-benzoészter-származékokat ír le.

Találmányunk feladata olyan új vegyületek előállításának kidolgozása volt, amelyek az említett hátrányokkal nem rendelkeznek, és amelyek biológiai tulajdonságait illetően az eddig ismert vegyületeket felülműlják.

Azt találtuk, hogy az (I) általános képletű szubsztituált α -pirimidinil-oxi-karbonsav-származékok és ezek optikai izomerjei, a képletben

A jelentése 1-helyzetben fluoratommal szubsztituált 1-6 szénatomos alkil- vagy 3-6 szénatomos cikloalkilcsoport vagy α -metil- α -fluor-benzil-csoport és R¹ jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkilcsoport vagy benzilcsoport,

értékes herbicid hatást mutatnak.

Az (I) általános képletű vegyületeket például úgy állíthatjuk elő, hogy

a) valamely (II) általános képletű vegyületet – ahol R² jelentése halogénatom, alkil-szulfonil-csoport vagy fenil-szulfonil-csoport –

egy (III) általános képletű vegyülettel – mely képletben A és R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező –

megfelelő oldószerben, alkalmas bázis jelenlétében reagáltatunk, vagy

b) valamely (IV) általános képletű vegyületet – ahol A és R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező –

megfelelő poláros oldószerben egy alkálifém-bázissal vagy alkáliföldfém-bázissal (V) általános képletű vegyülettel – mely képletben

A jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező és
5 M¹ jelentése alkálifématom vagy alkáliföldfém-atom egyenértéke –

reagáltatunk és ezt követően megfelelő savval alkalmas oldószerben (VI) általános képletű vegyülettel – ahol

10 A jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – reagáltatjuk, vagy

c) valamely (VIII) képletű vegyületet egy (IX) általános képletű vegyülettel – mely képletben

A és R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező és
15 Z jelentése halogénatom vagy alkil-szulfonil-oxi-csoport –

reagáltatunk megfelelő oldószer és alkalmas bázis jelenlétében, vagy
20 d) valamely (X) általános képletű vegyületet – ahol

R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – egy (XI) általános képletű vegyülettel – mely képletben

A jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező és
25 R³ jelentése halogénatom, alkil-szulfonil-oxi-csoport vagy fenil-szulfonil-oxi-csoport – megfelelő oldószerben alkalmas bázis jelenlétében reagáltatunk.

Az egyes eljárásváltozatokat előnyösen valamilyen hígítószer jelenlétében végezzük. Erre a célra valamilyen, az alkalmazott reagensekkel szemben inert oldószer alkalmazható.

Ilyen oldószerekre, illetve hígítószerekre példaképpen a következők említhetők meg: víz, alifás, aliciklusos és aromás szénhidrogének, amelyek adott esetben klórozottak lehetnek, így például a hexán, ciklohexán, petroléter, ligroin, benzol, toluol, xilol, metilén-klorid, kloroform, szén-tetraklorid, etilén-klorid, triklór-etilén; éterek, így például a diizopropil-éter, dibutil-éter, propilén-oxid, dioxán és a tetrahydrofuran; ketonok, így például az acetone, metil-etil-ke-ton, metil-izopropil-ke-ton, metil-izobutil-ke-ton; nitrilek, így például az acetone-nitril és a propionitril; alkoholok, így például a metanol, etanol, izopropil, butanol és az etilén-glikol; észterek, így például az etil-acetát és az amil-acetát; savamidok, így például a dimetil-formamid és a dimetil-acetamid; szulfoxidok és szulfonok, így például a dimetil-szulfoxid és a szulfolán; valamint bázisok, így például a piridin.

50 Valamilyen reakciókatalizátor jelenléte előnyös lehet. Katalizátorokként a kálium-jodid és az ónium-vegyületek alkalmasak, így a kvaterner ammónium-, foszfónium- és arzóniumvegyületek, valamint a szulfóniumvegyületek. Alkalmasak a poliglikol-éterek is, különösen a ciklusosak, így például a 18-korona-6-éter és a terciér aminok, így például a tributil-amin. Előnyben részesített vegyületek a kvaterner ammóniumvegyületek, így például a benzil-trietil-ammónium-klorid és a tetrabutil-ammónium-bromid.

60 A reakciók környezeti nyomáson hajthatók végre,

ámbar nagyobb, illetve csökkentett nyomáson is elvégezhetők.

Az a) eljárásváltozatot előnyösen aromás szénhidrogénekben, így benzolban, toluolban vagy xilolban; halogénezett szénhidrogénekben, így metilén-kloridban vagy kloroformban; alkoholokban, így metanolban, etanolban vagy izopropanolban; éterekben, így dietil-éterben, izopropil-éterben, tetrahydrofuranban vagy 1,4-dioxánban; ketonokban, így acetoneban vagy metil-etil-ketonban; észterekben, így metil-acetátban vagy etil-acetátban; poláros aprotomos oldószerekben, így dimetil-formamidban, dimetil-acetamidban vagy dimetil-szulfoxidban és egyéb oldószerekben, így acetonitrilben vagy vízben hajthatjuk végre.

Bázisként valamilyen alkálifém, így nátrium vagy kálium; alkálifém- vagy alkáliföldfém-hidrid, így nátrium-hidrid, kálium-hidrid vagy kalcium-hidrid; egy karbonát, így nátrium-karbonát vagy kálium-karbonát vagy egy fém-hidroxid, így nátrium-hidroxid vagy kálium-hidroxid alkalmazható.

A reakciót előnyösen szobahőmérséklet és az oldószer vagy oldószerkegy forráspontja közötti hőmérséklet-tartományban hajtjuk végre. A reakcióidő 1–24 óra.

A reakciót azonban oldószer távollétében is elvégezhetjük, 120–160 °C hőmérséklet-tartományban, valamilyen alkálifém-karbonát, így vízmentes kálium-karbonát alkalmazásával.

Az említett eljárásváltozatnál szükséges alfa-hidroxid-, ill. alfa-merkaptó-karbonsav-származékok előállítására például a következő irodalmi helyek szerinti eljárások alkalmazhatók: *J. Org. Chem.* 33, 2565 (1968); *J. Amer. Chem. Soc.* 95, 7146 (1973); *J. Chem. Soc.* 1957 3262; *J. Org. Chem.* 33, 1831 (1968); *Can. J. Chem.* 60 (1982) 2707; *Bull. Soc. Chem. Fr.* 1969, 2721.

A b) eljárásváltozatot előnyösen alkoholokban, így metanolban, etanolban vagy izopropanolban; ketonokban, így acetoneban vagy metil-ketonokban; vízben vagy vízből és egy poláros oldószerből álló elegyben hajtjuk végre.

Bázisként valamilyen karbonát, így nátrium-karbonát, kálium-karbonát vagy kalcium-karbonát és egy fém-hidroxid, így nátrium-hidroxid vagy kálium-hidroxid alkalmazható.

A reakciók hőmérséklet-tartománya szobahőmérséklet és a mindenkori oldószer vagy oldószerkegy forráspontja közötti. A reakcióidő 0,5-től 36 óráig terjed.

Amennyiben a (IV) általános képletben R¹ benzilcsoportot jelent, úgy a (VI) általános képletű vegyület katalitikus redukció (hidrogénezés) útján is előállítható.

A c) eljárásváltozatnál oldószerként szénhidrogének, így benzol, toluol vagy xilol; halogénezett szénhidrogének, így metilén-klorid vagy kloroform; alkoholok, így metanol, etanol, vagy izopropanol; éterek, így dietil-éter, izopropil-éter, tetrahydrofuran vagy 1,4-dioxán; ketonok, így acetone vagy metil-etil-keton; észterek, így metil-acetát vagy etil-acetát, vagy nitrilek, így acetonitril alkalmazhatók.

Bázisként valamilyen alkálifém, így nátrium vagy

kálium; egy alkálifém- vagy alkáliföldfém-hidrid, így nátrium-hidrid, kálium-hidrid vagy kalcium-hidrid; egy karbonát, így nátrium-karbonát, kálium-karbonát vagy kalcium-karbonát vagy valamilyen fém-hidroxid, így nátrium-hidroxid vagy kálium-hidroxid alkalmazható.

A reakció hőmérséklet-tartománya szobahőmérséklet és a mindenkori oldószer vagy oldószerkegy forráspontja között van. A reakció időtartama 5 perctől 24 óráig terjed.

A d) eljárásváltozatot előnyösen aprotomos oldószerekben, így benzolban, toluolban, xilolban, tetrahydrofuranban, dietil-éterben, hexánban, dimetil-formamidban vagy dimetil-szulfoxidban hajtjuk végre. A (X) általános képletű vegyületek deprotonálására bázisokat, így nátrium-hidridet, kálium-terc-butilatot vagy lítium-diizopropil-amidot alkalmazhatunk.

A reakció hőmérséklete -78 °C és a mindenkori oldószer vagy oldószerkegy forráspontja között van. A reakció időtartama 0,5-től 24 óráig terjed.

A (X) általános képletű vegyületeket az irodalomban leírják vagy az irodalomban megadott eljárások szerint előállíthatók [*Khim.-Farm. Zh.* 16 (8), 931–4 (1982); *Ukr. Khim. Zh. (Szovjet Kiadó)* 49 (11), 1205–8 (1983); *Fizol. Akt. Veshchestva*, 18, 75–9 (1986); 791 746 sz. szovjet szabadalmi leírás].

A fenti eljárásváltozatokkal előállított találmány szerinti vegyületek szokásos eljárásokkal különíthetők el a reakcióelegyből, például az alkalmazott oldószer normál vagy csökkentett nyomáson való ledesztillálásával, vízzel való kicsapás vagy extrakció útján.

Nagyobb tisztasági fok érhető el rendszerint oszlopkromatográfiás tisztítással, valamint frakcionált desztillálás vagy kristályosítás útján.

A találmány szerinti vegyületek rendszerint színtelen és szagtalan folyadékot, valamint kristályokat képeznek, amelyek vízben oldódnak, kevéssé oldódnak alifás szénhidrogénekben, így petroléterben, hexánban, pentánban és ciklohexánban, és jól oldódnak halogénezett szénhidrogénekben, így kloroformban, metilén-kloridban és szén-tetrakloridban, aromás szénhidrogénekben, így benzolban, toluolban és xilolban, éterekben, így dietil-éterben, tetrahydrofuranban és dioxánban, karbonsav-nitrilekben, így acetonitrilben, alkoholokban, így metanolban és etanolban, karbonsavamidokban, így dimetil-formamidban és szulfoxidokban, így dimetil-szulfoxidban.

A találmány szerinti vegyületek jó herbicid hatást mutatnak széleslevelű gyomoknál és füveknél. A találmány szerinti hatóanyagok szelektíven alkalmazhatók különböző kultúrákban, például repce, répa, szójabab, gyapot, rizs, árpa, búza és egyéb gabonafélék kultúrájában. Emellett egyes hatóanyagok répa, gyapot, szója és gabona ültetvényekben szelektív herbicidekként különösen alkalmasak. A találmány szerinti vegyületek gyomirtásra mind tartós kultúrákban, így például erdészeti-, díszfa-, gyümölcs-, szőlő-, citrus-, dió-, banán-, kávé-, tea-, gumi-, olajpálma-, kakaó-, bogyóstermésű és komló-ültetvényeknél, mind pedig egyéves kultúrákban ugyanúgy alkalmazhatók.

A találmány szerinti vegyületek, valamint az ezeket tartalmazó szerek például a következő növényfajtáknál alkalmazhatók:

A következő nemzetségekbe tartozó kétszikű gyomok ellen: *Sinapis*, *Lepidium*, *Galium*, *Stellaria*, *Matricaria*, *Anthemis*, *Galinsoga*, *Chenopodium*, *Brassica*, *Urtica*, *Senecio*, *Amaranthus*, *Portulaca*, *Xanthium*, *Convolvulus*, *Ipomoea*, *Polygonum*, *Sesbania*, *Ambrosia*, *Cirsium*, *Carduus*, *Sonchus*, *Solanum*, *Rorippa*, *Lamium*, *Veronica*, *Abutilon*, *Datura*, *Viola*, *Galeopsis*, *Papaver*, *Centaurea* és *Chrysanthemum*.

A következő nemzetségekbe tartozó egyszikű gyomok ellen: *Avena*, *Alopecurus*, *Echinochloa*, *Setaria*, *Panicum*, *Digitaria*, *Poa*, *Eleusine*, *Brachiaria*, *Lolium*, *Bromus*, *Cyperus*, *Agropyron*, *Sagittaria*, *Monochoria*, *Fimbristylis*, *Eleocharis*, *Ischaemum* és *Apera*.

A felhasználási mennyiség a kikelés előtti és kikelés utáni alkalmazás jellegétől függően 0,001 és 5 kg/hektár közötti.

A találmány szerinti hatóanyagok, valamint az ezeket tartalmazó szerek defoliánsként, deszikkánsként és gyomirtó szerként alkalmazhatók.

A találmány szerinti vegyületek egyedül, egymással vagy más hatóanyagokkal képzett keverékek alakjában alkalmazhatók. Adott esetben egyéb növényvédő szerrel vagy kártevőirtószerrel is kombinálhatók, a kívánt céltól függően. Amennyiben a hatásspektrum szélesítése a cél, úgy egyéb herbicidekkel is kombinálhatók. Herbicid hatású keverési partnerként például azok a hatóanyagok alkalmazhatók, amelyeket a *Weed Abstracts* 38. kötet, 3. szám, 1989, a következő cím alatt sorol fel: „List of common names and abbreviations employed for currently used herbicides and plant growth regulators in Weed Abstracts”.

A hatás intenzitásának és a hatás sebességének a növelését például hatásfokozó adalékokkal, így szerves oldószerekkel, nedvesítőszerekkel és olajokkal érhetjük el. Ennélfogva az ilyen adalékok adott esetben a hatóanyag adagolásának a csökkentését teszik lehetővé.

A definiált hatóanyagokat vagy ezek keverékeit célszerűen készítmények – így porok, szórható szerek, granulátumok, oldatok, emulziók vagy szuszpenziók – alakjában, folyékony és/vagy szilárd hordozóanyagok, illetve hígítószer és adott esetben tapadást elősegítő-, nedvesítő-, emulgeáló és/vagy diszpergáló segédanyagok hozzáadásával, alkalmazzuk.

Megfelelő folyékony hordozóanyagok például alifás és aromás szénhidrogének, például a benzol, toluol, xilol, ciklohexanon, izoforon, dimetil-szulfoxid, dimetil-formamid, továbbá ásványolaj-frakciók és növényi olajok.

Szilárd hordozóanyagokként ásványi anyagok, például bentonit, szilikagél, talkum, kaolin, attapulgit, mészkő, valamint növényi termékek, például lisztek alkalmazhatók.

Felületaktív anyagokra példaképpen a következők említhetők meg: kalcium-ligninszulfonát, polietilén-alkil-fenil-éter, naftalinszulfonsavak és ezek sói, fenolszulfonsavak és ezek sói, formaldehid-kondenzátumok,

zsíralkohol-szulfátok, valamint szubsztituált benzolszulfonsavak és ezek sói.

A hatóanyag, illetve hatóanyagok hányada a különböző készítményekben széles határok között változhat. A találmány szerinti szerek például mintegy 10–90 tömegszázalék hatóanyagot, mintegy 90–10 tömegszázalék folyékony vagy szilárd hordozóanyagot, valamint adott esetben 20 tömegszázalékig terjedő mennyiségű felületaktív anyagot tartalmaznak.

A szereket szokásos módon alkalmazhatjuk például vízzel, mint hordozóval mintegy 100–1000 liter/hektár permetlé mennyiséget használva. A találmány szerinti szereket alkalmazhatjuk mind az ún. Low-Volume-, mind az Ultra-Low-Volume-eljárásban és használhatjuk az ún. mikrogranulátumos alakban is.

A találmány szerinti készítményeket ismert módon állíthatjuk elő, például őrlési és keverési eljárással. Kívánt esetben az egyes komponenseket csak röviddel a készítmény alkalmazása előtt keverjük össze, mint azt például az ún. tankkeverős eljárásban a gyakorlatban végzik.

A különböző készítmények előállítására például a következő komponenseket alkalmazzuk:

A) *Permetezőpor*

1. 25 tömegszázalék hatóanyag
60 tömegszázalék kaolin
10 tömegszázalék kovasav
5 tömegszázalék, a ligninszulfonsav kalcium-sójából és az N-metil-N-oleil-taurin nátriumsójából álló keverék
2. 40 tömegszázalék hatóanyag
25 tömegszázalék agyagásványok
25 tömegszázalék kovasav
10 tömegszázalék, a ligninszulfonsav kalcium-sójából és alkil-fenil-poliglikol-éterekből álló keverék

B) *Paszta*

- 45 tömegszázalék hatóanyag
5 tömegszázalék nátrium-alumínium-szilikát
- 15 tömegszázalék cetil-poliglikol-éter (8 mól etilén-oxiddal)
2 tömegszázalék orsóolaj
10 tömegszázalék polietilénglikol
23 tömegszázalék víz

C) *Emulziós koncentrátum*

- 25 tömegszázalék hatóanyag
15 tömegszázalék ciklohexanon
55 tömegszázalék xilol
5 tömegszázalék, a dodecil-benzolszulfonsav kalcium-sójából és nonil-fenil-poli(oxi-etilén)-ből álló keverék.

Az alábbi példák kapcsán közelebről is megvilágítjuk a találmány szerinti vegyületek előállítását:

1. példa

- 2-(4,6-Dimetoxi-2-pirimidinil-oxi)-3-fluor-3-metil-butánsav-metil-észter
4 g (26,6 mmól) 3-fluor-2-hidroxi-3-metil-butánsav-metil-észtert és 5,81 g (26,6 mmól) 4,6-dimetoxi-2-(metil-szulfonil)-pirimidint 20 °C-on 75 ml dimetil-form-

amidban oldunk és az oldatot összekeverjük 1,84 g (13,3 mmól) kálium-karbonáttal. A szuszpenziót 20 °C-on 5 órán át keverjük, majd 1 órán át 60 °C-ra melegítjük. A reakcióelegyet 150 ml jeges vízre öntjük és egyenként 75 ml etil-acetáttal háromszor extraháljuk. Az egyesített etil-acetátos fázisokat vízzel mossuk, magnézium-szulfát felett szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. Az így kapott szilárd anyagot oszlopkromatográfiásan, kovasavgélen, hexán/etil-acetát-elegyekkel tisztítjuk. Kitermelés: 2,9 g (az elméleti érték 37,7%-a). Olvadáspont: 73–74 °C.

2. példa

2-(4,6-Dimetoxi-2-pirimidinil-oxi)-3-fluor-3-metil-butánsav

2 g (6,9 mmól) 2-(4,6-dimetoxi-2-pirimidinil-oxi)-3-fluor-3-metil-butánsav-metil-észtert 20 ml víz és 10 ml metanol elegyében oldunk, az oldatot összekeverjük 387 mg (6,9 mmól) kálium-hidroxiddal és 4 órán át 50 °C-on keverjük. A reakcióoldatot 50 ml vízre öntjük és 50 ml etil-acetáttal extraháljuk. Ezt követően a vizes fázist sósavval pH = 2-re savanyítjuk és ezt egyenként 100 ml etil-acetáttal háromszor extraháljuk. Az egyesített etil-acetátos fázisokat vízzel mossuk, magnézium-szulfát felett szárítjuk, szűrjük és bepároljuk.

Kitermelés: 1,0 g (az elméleti érték 54,5%-a).
Olvadáspont: 107–108 °C.

Analóg módon állítjuk elő a következő, találmány szerinti (I) általános képletű vegyületeket is:

Példa száma	A	R ¹	Fizikai állandó
3.	-CF(CH ₃) ₂	-CH ₂ CH ₃	73–74 °C
4.	-CF(CH ₃)-fenil	-CH ₂ CH ₃	106 °C
5.	1-fluor-ciklohexil	-CH ₃	99–100 °C
6.	-CF(CH ₃)-fenil	-H	135–136 °C
7.	1-fluor-ciklopentil	-CH ₃	89–90 °C
8.	1-fluor-ciklohexil	-H	140–141 °C
9.	1-fluor-ciklopentil	-H	138–140 °C

10. példa

A 7. példa szerint előállított racemát 13 mg-nyi mennyiségét – 95 ml hexán és 5 ml 2-propanolból készített elegy – 5 ml-ében oldva Chiracel OJ (Baker gyártmánya) oszlopra visszük, mely oszlop hosszúsága 250 mm, átmérője 10 mm és az átfolyási sebesség 1 ml/min.

Többszöri ismétlés után 15 min. retenció időnél 274 mg A enantiomert és 18,5 min. retenció időnél 274 mg B enantiomert kapunk, mimellett az A enantiomer még 7% B enantiomert, valamint 2% egyéb szennyezést tartalmaz, míg a B enantiomer tisztasági foka 99,6%-a.

A: $n_D^{20} = -28,1$ (c = 0,5, metanol)

B: $n_D^{20} = 28,4$ (c = 0,7, metanol).

A következő példák kapcsán világítjuk meg a találmány szerinti vegyületek alkalmazási lehetőségeit:

„A” példa

A felsorolt növényfajtákat növényházban kikelés előtt a felsorolt vegyületekkel kezeljük 1,0 kg ható-

anyag/hektár mennyiségben. Erre a célra a vegyületeket emulziókként vagy szuszpenziókként 500 liter víz/hektár mennyiségben egyenletesen permetezzük a talajra. Három héttel a kezelés után a találmány szerinti vegyületek kiváló hatást mutatnak a gyom ellen.

A következő táblázatban az egyes számok, illetve rövidítések jelentése:

0 = nincs károsodás

1 = 1– 24% károsodás

10 2 = 25– 74% károsodás

3 = 75– 89% károsodás

4 = 90–100% károsodás

AVEFA = Avena fatua

SETVI = Setaria viridis

15 CYPES = Cyperus esculentus

ABUTH = Abutilon theophrasti

IPOSS = Ipomoea purpurea

MATCH = Matricaria chamomilla

POLSS = Polygonum sp.

20 SOLSS = Solanum sp.

VERPE = Veronica persica

VIOSS = Viola sp.

Találmány szerinti vegyületek	A	S	C	A	I	M	P	S	V	V
	V	E	T	B	P	A	O	L	R	I
	F	V	E	T	S	C	S	S	P	S
	A	I	S	H	S	H	S	S	E	S
25 1. példa	3	4	4	3	3	3	-	-	-	-
30 2. példa	3	4	4	3	3	4	-	-	-	-
kezeletlen	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

35 „B” példa

A felsorolt növényfajtákat növényházban kikelés után a felsorolt vegyületekkel kezeljük 0,1 kg hatóanyag/hektár mennyiségben. A vegyületeket emulziókként 500 liter víz/hektár mennyiségben egyenletesen permetezzük a növények fölé. Ennél a kísérletnél két héttel a kezelés után a találmány szerinti vegyület gyapotban nagy kultúrnövény-szelektivitást mutat, ugyanakkor kiváló a gyom elleni hatása. Az összehasonlító szer nem mutat ugyanakkora hatékonyságot.

A következő táblázatban az egyes számok, illetve rövidítések jelentése:

0 = nincs károsodás

1 = 1– 24% károsodás

2 = 25– 74% károsodás

50 3 = 75– 89% károsodás

4 = 90–100% károsodás

GOSHI = Gossypium hirsutum

ALOMY = Alopecurus myosuroides

PANSS = Panicum maximum

55 ABUTH = Abutilon theophrasti

IPOSS = Ipomoea purpurea

POLSS = Polygonum sp.

SOLSS = Solanum sp.

VERPE = Veronica persica

60 VIOSS = Viola sp.

Találmány szerinti vegyület	G O S H I	A L O M Y	P A N S S	A B U T H	I P O L S S	P O L S S	S O L L S S	V E R P E	V I O S S
1. példa	1	3	3	4	3	3	3	3	3
kezeletlen	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Összehasonlító szer: [a 0 347 811 sz. európai szabadalmi bejelentés 243. sz. vegyület, (E) képletű vegyület]	0	1	1	1	0	1	2	1	0

„C” példa

A felsorolt növényfajtákat növényházban kikelés után a felsorolt vegyületekkel 0,1 kg hatóanyag/hektár mennyiségben kezeljük. Erre a célra a vegyületeket emulziókként hektáronként 500 liter vízzel egyenletesen permetezzük a növényekre. Két héttel a kezelés után a találmány szerinti vegyület nagy kultúrnövény-szelektivitást mutat gyapot ültetvényben, kiváló gyomelleni hatás mellett. Az összehasonlító szer nem mutat ugyanolyan nagy hatékonyságot.

A következő táblázatban az egyes számok, illetve rövidítések jelentése:

0 = nincs károsodás

1 = 1– 24% károsodás

2 = 25– 74% károsodás

3 = 75– 89% károsodás

4 = 90–100% károsodás

GOSHI = Gossypium hirsutum

AGRRE = Elymus repens

BROTE = Bromus tectorum

SETVI = Setaria viridis

PANSS = Panicum maximum

SORHA = Sorghum halepense

ABUTH = Abutilon theophrasti

GALAP = Galium aparine

IPOSS = Ipomoea purpurea

MATCH = Matricaria chamomilla

POLSS = Polygonum sp.

SEBEX = Sesbania exaltata

VERPE = Veronica persica

Találmány szerinti vegyület	G O S H I	A L O M Y	B R O T V E I	S R O T V I S	P E A N S A	S O R H A	A B U T H	G A L A P	I P O L S S	M A T C H	P O L S S	S E B E X	V E R P E
2. példa	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	4	4	3
kezeletlen	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Összehasonlító szer: (a 0 347 811 sz. európai szabadalmi bejelentés 4. sz. vegyülete) („F” képletű vegyület)	0	1	0	2	2	2	0	2	0	0	1	2	2

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás (I) általános képletű szubsztituált α -(pirimidinil-oxi)-karbonsav-származékok és ezek optikai izomerjei előállítására, a képletben
- 5 A jelentése 1-helyzetben fluoratommal szubsztituált 1–6 szénatomos alkil- vagy 3–6 szénatomos ciklo-alkilcsoport vagy α -metil- α -fluor-benzil-csoport és R¹ jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport vagy benzilcsoport,
- 10 *azzal jellemezve, hogy*
a) valamely (II) általános képletű vegyületet – ahol R² jelentése halogénatom, alkil-szulfonil-csoport vagy fenil-szulfonil-csoport –
- 15 egy (III) általános képletű vegyülettel – mely képletben A és R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – megfelelő oldószerben, alkalmas bázis jelenlétében reagáltatunk, vagy
- 20 b) valamely (IV) általános képletű vegyületet – ahol A és R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – megfelelő poláros oldószerben egy alkálifém-bázissal vagy alkáliföldfém-bázissal (V) általános képletű vegyületté – mely képletben
- 25 A jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező és M¹ jelentése alkálifématom vagy alkáliföldfém-atom egyenértéke – reagáltatunk és ezt követően megfelelő savval alkalmas oldószerben (VI) általános képletű vegyületté – ahol
- 30 A jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – reagáltatjuk, vagy
- c) valamely (VIII) képletű vegyületet egy (IX) általános képletű vegyülettel – mely képletben A és R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező és
- 35 Z jelentése halogénatom vagy alkil-szulfonil-oxi-csoport – reagáltatunk megfelelő oldószer és alkalmas bázis jelenlétében, vagy
- 40 d) valamely (X) általános képletű vegyületet – ahol R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – egy (XI) általános képletű vegyülettel – mely képletben
- A jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező és
- 45 R³ jelentése halogénatom, alkil-szulfonil-oxi-csoport vagy fenil-szulfonil-oxi-csoport – megfelelő oldószerben alkalmas bázis jelenlétében reagáltatunk. (Elsőbbsége: 1989. 07. 19.)
2. Eljárás (I') általános képletű szubsztituált α -(pirimidinil-oxi)-karbonsav-származékok és ezek optikai izomerjei előállítására, a képletben
- R¹ jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport vagy benzilcsoport,
- azzal jellemezve, hogy*
- 55 a) valamely (II) általános képletű vegyületet – ahol R² jelentése halogénatom, alkil-szulfonil-csoport vagy fenil-szulfonil-csoport –
- egy (III') általános képletű vegyülettel – mely képletben
- 60 R¹ jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező –

- megfelelő oldószerben, alkalmas bázis jelenlétében reagáltatunk, vagy
- b) valamely (IV') általános képletű vegyületet – ahol R^1 jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – megfelelő poláros oldószerben, alkálifém-bázissal vagy alkáliföldfém-bázissal (V') általános képletű vegyületté – mely képletben
- M^1 jelentése alkálifématom vagy alkáliföldfém-atom egyenértéke – reagáltatunk és ezt követően megfelelő savval alkalmas oldószerben (VI') általános képletű vegyületté reagáltatjuk, vagy
- c) valamely (VIII) képletű vegyületet egy (IX') általános képletű vegyülettel – mely képletben R^1 jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező és Z jelentése halogénatom vagy alkil-szulfonil-oxi-csoport – reagáltatunk megfelelő oldószer és alkalmas bázis jelenlétében, vagy
- d) valamely (X) általános képletű vegyületet – ahol R^1 jelentése a fentiekben megadottakkal megegyező – egy (XI) általános képletű vegyülettel – mely képletben
- 5 R^3 jelentése halogénatom, alkil-szulfonil-oxi-csoport vagy fenil-szulfonil-oxi-csoport – megfelelő oldószerben, alkalmas bázis jelenlétében reagáltatunk. (Elsőbbsége: 1990. 03. 22.)
3. Herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként legalább egy (I') általános képletű vegyületet tartalmaz 10–90 tömeg%-ban – a képletben R^1 jelentése a 2. igénypontban megadott –, a szokásos segédanyagokkal együtt. (Elsőbbsége: 1990. 03. 22.)
- 10 4. Eljárás egyszikű és kétszikű gyomok irtására mezőgazdasági főkultúrákban, *azzal jellemezve*, hogy hektáronként 0,001–5 kg hatóanyagot juttatunk ki a 3. igénypont szerinti készítmény alkalmazásával. (Elsőbbsége: 1990. 03. 22.)
- 15

