



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 810065

- (61) Дополнительный к патенту —
(22) Заявлено 14.07.78 (21) 2636093/05
(23) Приоритет — (32) 20.07.77
(31) Р 2732797.5 (33) ФРГ

Опубликовано 28.02.81. Бюллетень № 8
Дата опубликования описания 28.02.81

(51) М. Кл.³
A 01 N 43/64
C 07 D 253/06

(53) УДК 632.954
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Георг Писсиотас (ФРГ), Вилли Мейер (Швейцария),
Вернер Шварце (ФРГ), Херберт Кленк (ФРГ)
и Вольфганг Лейхтенбергер (ФРГ)

(71) Заявители

Иностранные фирмы
"Циба-Гейги АГ" (Швейцария) и "Дегусса" (ФРГ)

(54) ГЕРБИЦИДНОЕ СРЕДСТВО

Изобретение относится к химическим средствам защиты растений, конкретно к гербицидному средству на основе производных 1,2,4-триазинона-5.

Известно, что симм-триазины, например 2-метилмеркапто-4,6-бис(этиламино)-симм-триазин, обладают гербицидным действием [1].

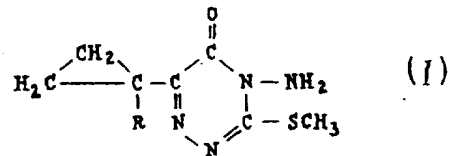
Наиболее близким к предлагаемому является гербицидное средство, содержащее наряду с обычными добавками действующее вещество на основе 4-амино-6-трет.бутил-3-метилтио-1,2,4-триазинона-5 [2].

Однако действие этого гербицидного средства на ряде сорных растений при низких дозах расхода является неудовлетворительным.

Цель изобретения — изыскание нового гербицидного средства, обладающего усиленной гербицидной активностью.

Указанная цель достигается использованием средства, содержащего

в качестве активного вещества производные 1,2,4-триазинона-5 формулы



10 в которой R — метил, этил, n-пропил в количестве 5-50 вес. % и добавку, выбранную из группы носитель, диспергатор.

15 Биологически активное вещество может быть применено в виде пылевидного препарата, химического для внесения в почву, гранулированного препарата, гранулированного с оболочкой, пропитанного гранулированного продукта, гомогенного гранулированного

20 препарата, смачивающегося порошка, пасты, эмульсии, раствора или аэрозоля.

25 Препаративные формы гербицидного средства могут быть следующие.

Гранулированный препарат. Для получения 5%-ного гранулированного препарата применяют 5 ч. биологически активного вещества, соответствующего формуле (I), 0,25 ч

30

эпихлоргидрина, 0,25 ч цетилполигликолевого эфира с 8 моль окиси этилена, 3,50 ч полигликоля и 91 ч каолина.

Размер зерен 0,3-0,8 мм.

Смачивающийся порошок.

Для получения а) 50%-ного, б) 25%-ного и с) 10%-ного смачивающихся порошков применяют следующие составные части.

а) 50 ч. биологически активного вещества, отвечающего формуле (1), 5 ч. дибутилнафтилсульфоната натрия, 3 ч. продукта конденсации нафталинсульфокислоты, фенолсульфокислоты и формальдегида, взятых в соотношении 3:2:1, 20 ч. каолина и 22 ч. мела из Шампани.

б) 25 ч. биологически активного вещества формулы (1), 5 ч. натриевой соли олеилметилтаурида, 2,5 ч. продукта конденсации нафталинсульфокислот и формальдегида, 0,5 ч. карбоксиметилцеллюлозы, 5 ч. нейтрального калийалюминийсиликата и 62 ч. каолина.

с) 10 ч. биологически активного вещества формулы (1), 3 ч. смеси натриевых солей сульфатов насыщенных спиртов жирного ряда, 5 ч. продукта конденсации нафталинсульфокислот и формальдегида и 82 ч. каолина.

Паста.

Для получения 45%-ной пасты применяют 45 ч. биологически активного вещества, соответствующего формуле (1), 5 ч. натрийалюминийсиликата, 14 ч. цетилполигликолевого эфира с 8 моль окиси этилена, 1 ч. цетилполигликолевого эфира с 5 моль окиси этилена, 2 ч. вертененного масла, 10 ч. полигликоля и 23 ч. воды.

Эмульсионный концентрат.

Для получения 10%-ного эмульсионного концентрата смешивают друг с другом 10 ч. биологически активного вещества, соответствующего формуле (1), 15 ч. олеилполигликолевого эфира с 8 моль окиси этилена и 75 ч. изофорона (3,5,5-триметилциклогексен-2-она-1).

Концентраты могут быть разбавлены водой до получения любой препаративной формы с подходящей концентрацией действующего вещества.

Способ получения соединений формулы (1) основан на взаимодействии алкил- или арилглиоксидовой кислоты с тиокарбогидразидом, в результате чего получают 4-амино-3-тионо-1,2,4-триазинон-5, содержащий в положении 6 алкильный или арильный заместитель. Непосредственно после этого из полученного соединения в результате взаимодействия с алкилирующим средством получают 3-алкилмеркаптопроизводное.

Пример 1. Получение 4-амино-6-(1-метилциклопропил)3-метилтио-1,2,4-триазинона-5.

а) Получение 4-амино-6-(1-метилциклопропил)-3-меркапто-1,2,4-триазинона-5.

183 г трет.-бутиламида (1-метилциклопропил)-глиоксидовой кислоты и 112 г тиокарбогидразида вводят в смесь 1 л 1 н. соляной кислоты и 1 л этилового спирта. Реакционную массу нагревают с обратным холодильником 8 ч при температуре кипения, разбавляют 2 л воды и кристаллический продукт отфильтровывают на нутч-фильтре. Получают кристаллический продукт с желтым блеском, который сушат. Выход 152,6 г (77,1% от теории). Т. пл. 137-138°C.

Найдено, %: С 42,2; Н 5,1; N 28,1; S 16,1.

$C_7H_{10}N_4O_2S$ (Мол. вес 198).

Вычислено, %: С 42,4; Н 5,05; N 28,3, S 16,16.

б) Метилирование с получением 4-амино-6-(1-метилциклопропил)-3-метилтио-1,2,4-триазинона-5.

198 г соединения, полученного по п.а растворяют в 500 мл 2 н. раствора гидроксида натрия и прибавляют 500 мл метилового спирта и 150 г йодистого метила. Реакционную смесь перемешивают 6 ч при 20-30°C, образовавшийся кристаллический продукт отфильтровывают, промывают и сушат в вакууме при 40°C. Выход конечного продукта 174-5 г в виде белого кристаллического вещества. Т.пл. 115-116°C.

Пример 2. Аналогично примеру 1 получают 4-амино-6-(1-этилциклопропил)3-метилтио-1,2,4-триазинон-5, с т.пл. 93-95°C.

Пример 3. Гербицидная активность при применении биологически активного вещества до появления всходов растений (Preemergent).

В оранжерее высевают в ящики культурные растения и моно- и дикотильные сорные травы. Затем производят опрыскивание биологически активным веществом, соответствующим формуле (1), а также обычным имеющимся в продаже производным триазиона, приготовленным в виде суспензии в смеси этилового спирта и воды. Во время опыта растения поддерживают равномерно увлажненными. Оценку полученных результатов на взошедших растениях проводят через 28 дней после обработки по следующей шестиступенчатой схеме

Баллы	Поражение, %
1	0
2	15-30
3	30-50
4	50-70
5	70-90
6	100

Результаты испытаний представлены в табл. 1, где А - 4-амино-6-трет. бутил-3-метилтио-1,2,4-триазинон-5 (известное); В - 4-амино-6-(1-метилциклопропил)-3-метилтио-1,2,4-триазинон-5.

Т а б л и ц а 1

Растение	Активное вещество, г/га			
	250		500	
	А	В	А	В
<i>Stellaria media</i>	6	6	6	6
<i>Sonchus asper</i>	6	6	6	6
<i>Polygonum persicaria</i>	6	6	6	6
<i>Plantago lanceolata</i>	6	6	6	6
<i>Matricaria inodora</i>	6	6	6	6
<i>Galium aparine</i>	1	6	5	6
<i>Echinochloa crus-galli</i>	6	6	6	6
<i>Chenopodium album</i>	6	6	6	6
<i>Digitaria sanguinalis</i>	6	6	6	6
<i>Centaurea cyanus</i>	6	6	6	6
<i>Avena fatua</i>	6	6	6	6
<i>Amaranthus retroflexus</i>	6	6	6	6
<i>Agropyron repens</i>	6	6	6	6
<i>Sinapis alba</i>	6	6	6	6
<i>Brassica napus</i>	6	6	6	6
<i>Beta vulgaris</i>	6	6	6	6
<i>Phasaeolus vulgaris</i>	6	6	6	6
<i>Zea mais</i>	2	5	4	6
<i>Soja hispida</i>	5	6	6	6
<i>Triticum aestivum</i>	6	6	6	6
<i>Secala cereale</i>	6	6	6	6
<i>Poa annua</i>	6	6	6	6
<i>Lolium perenne</i>	6	6	6	6
<i>Hordeum vulgare</i>	5	6	6	6
<i>Avena sativa</i>	6	6	6	6
<i>Apera spica venti</i>	6	6	6	6
<i>Alopecurus myosuroides</i>	6	6	6	6
<i>Agrostis tenuis</i>	5	6	6	6

Пример 4. В теплице непосредственно после посева опытных растений в посевных чашках поверхность земли обрабатывается водной суспензией активного вещества 4-амино-6-(1-н-пропилциклопропил)3-метилтио-1,2,4-триазинон-5. Применяются две концентрации (дозы), соответственно 250 и 125 г активного вещества на гектар (0,025 и 0,0125 г/м²). Посевные чашки выдерживают в теплице при относительной влажности воздуха 50-70% при 22-25°C, оценку опыта проводят через 3 недели по следующей шкале оценок:

Баллы	Поражение, %
1	100
2	82-95
3	70-82
4	48-70
5	46-58
6	33-46
7	22-33
8	8-22
9	0

Результаты испытаний представлены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Растение	Активное вещество, г/га	
	250	125
Соя	6	9
Хлопок	8	9
<i>Abutilon</i>	1	1
<i>Sida</i>	1	1
<i>Portulaca</i>	1	1
<i>Amaranthus</i>	1	1
<i>Kochia</i>	1	1
<i>Sinapis</i>	1	2
<i>Stellaria</i>	1	1

Пример 5. Непосредственно после посева опытных растений в посевных чашках поверхность земли обрабатывают водной суспензией активных веществ, полученной из 25%-ного смазывающегося порошка. Применяют три различных серии концентраций, соответственно 0,5; 0,25 и 0,125 г/га 4-амино-6-(1-этил-циклопропил)-3-метилтио-2,2,4,-триазин-5-он. Посевные чашки поддерживают в теплице при 22-25°C и при относительной влажности воздуха 50-70%. Оценку опыта проводят через три недели по вышеуказанной шкале.

Результаты представлены в табл.3.

Т а б л и ц а 3

Растение	Активное ве- щество, г/га		
	500	250	125
Avena fatua	1	1	1
Lolium perenne	1	1	1
Alopecurus myos	1	1	1
Bromus tectorum	1	1	1
Digitaria sanguinalis	1	1	1
Setaria italica	1	1	1
Echinochloa crus-galli	1	1	1
Sida spinosa	1	1	1
Sesbania exaltata	1	1	1
Amaranthus retroflexus	1	1	1
Sinapis alba	1	1	1
Pastinaca sativa	1	1	1
Rumex sp	1	1	1
Chrysanthemum leuc	1	1	1
Abutilo sp	1	1	1
Solanum nigrum	1	1	1
Кукуруза	3	4	4
Соя	3	9	9

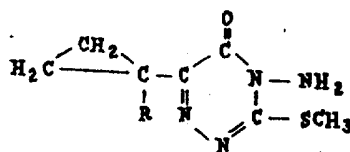
Таким образом, предложенные соединения обладают высоким гербицидным действием.

5

Формула изобретения

Гербицидное средство, содержащее производные 1,2,4-триазинона-5, как активное вещество и добавку, выбранную из группы носителей, диспергатор, отличающееся тем, что, с целью усиления гербицидной активности, оно содержит в качестве производных 1,2,4-триазинона-5 соединения общей формулы

20



25

в которой R - метил, этил, н-пропил, в количестве 5-50 вес. %.

30

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

35

1. Мельников Н. Н. Химия и технология пестицидов. М., "Химия", 1974, с. 668.

2. Патент ФРГ № 1795784, кл. С 07 D 253/06, выкл. 1976 (прототип).

Составитель Н. Армеева

Редактор Е. Дичинская Техред Н. Ковалева Корректор О. Билак

Заказ 467/84

Тираж 711

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

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

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