

(19) Országkód:

**HU**



**MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁG  
ORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATAL**

# SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

**208 976 B**

(21) A bejelentés száma: 3953/91  
(22) A bejelentés napja: 1991. 12. 13.  
(30) Elsőbbségi adatok:  
P 40 39 940 1990. 12. 14. DE  
P 41 26 935 1991. 08. 10. DE

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

**C 07 D 491/048**  
C 07 D 231/12  
A 01 N 43/90

(40) A közzététel napja: 1992. 12. 28.  
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi  
Közlönyben: 1994. 02. 28. SZKV 94/02

(72) Feltalálók:

dr. Eicken, Karl, Wachenheim (DE)  
dr. Rheinheimer, Joachim, Ludwigshafen/Rhein (DE)  
dr. Vogelbacher, Uwe Josef, Ludwigshafen/Rhein (DE)  
dr. Westphalen, Karl-Otto, Speyer (DE)  
dr. Gerber, Matthias, Mutterstadt (DE)  
dr. Walter, Helmut, Obrigheim (DE)

(73) Szabadalmas:

BASF Ag., Ludwigshafen/Rhein (DE)

(74) Képvisező:

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

(54) **Szalicilsav-származékokat hatóanyagként tartalmazó gyomirtó  
készítmények és eljárás a hatóanyagok előállítására**

(57) KIVONAT

A találmány gyomirtó készítményekre vonatkozik, amelyek hatóanyagként (I) általános képletű vegyületet tartalmaznak. A képletben

R<sup>1</sup> jelentése -OR<sup>5</sup> általános képletű csoport, amelyben

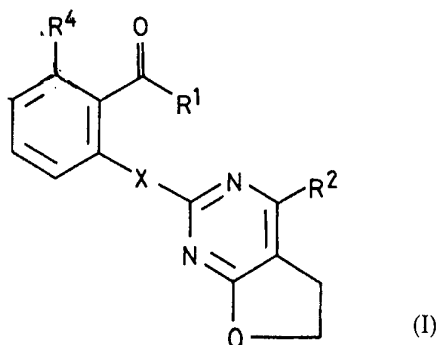
R<sup>5</sup> jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil- vagy 1-pirazolilcsoport, alkálifémion, alkáliföldfémion vagy helyettesített szerves ammóniumion,

R<sup>2</sup> jelentése 1-4 szénatomos alkil- vagy 1-4 szénatomos alkoxycsoport,

R<sup>4</sup> jelentése hidrogén- vagy halogénatom, 1-pirazolilcsoport vagy adott esetben halogénatommal helyettesített fenilcsoport, és

X jelentése oxigén- vagy kénatom.

A találmány felöleli az (I) általános képletű vegyületek előállítását is.



A találmány tárgyát gyomirtó készítmények képezik, amelyek inert adalékanyagok mellett hatóanyagként (I) általános képletű szalicilsav-származékot – a képletben  $R^1$  jelentése  $-OR^5$  általános képletű csoport, amelyben  $R^5$  jelentése hidrogénatom, 1-pirazolilcsoport, 1–4 szénatomos alkilcsoport, alkálifémion, alkáliföldfémion vagy helyettesített szerves ammóniumion,  $R^2$  jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos alkoxicsoport,  $R^4$  jelentése hidrogénatom vagy halogénatom, 1-pirazolilcsoport vagy adott esetben halogénatommal szubsztituált fenilcsoport és X jelentése oxigén- vagy kénatom – tartalmazznak, továbbá eljárás az (I) általános képletű vegyületek előállítására.

A szakirodalomban (lásd az A–223 406, A–249 708, A–287 072, A–287 079 és az A–426 476 számú európai szabadalmi leírásokat) gyomirtó hatású szubsztituált szalicilsavakat, valamint ezek kén-analógjait írták le. Ezek hatása azonban nem kielégítő.

A találmány feladata ezért olyan, új szalicilsav-származékokat tartalmazó gyomirtó készítmények kidolgozása volt, amelyek fokozott gyomirtó hatással rendelkeznek.

Ennek a feladatnak megfelelően dolgoztuk ki a bevezetőben definiált (I) általános képletű vegyületeket. Ezenkívül eljárást dolgoztunk ki az (I) általános képletű vegyületek előállítására.

Az (I) általános képletű vegyületeket úgy állítjuk elő, hogy valamely megfelelően szubsztituált (II) általános képletű szalicilsav-származékot valamely megfelelő (III) általános képletű vegyülettel bázis jelenlétében reagáltatunk.

A (III) általános képletben az  $R^{13}SO_2$  szubsztituens jelentése szokásos nukleofug lehasadó csoport, például aril-szulfonil-csoport, mint fenil- vagy szubsztituált fenil-szulfonil-csoport, ahol szubsztituensként 1 vagy több, például 1–3 kis molekulatömegű alkil- vagy alkoxicsoport, mint 1–4 szénatomos alkil- vagy alkoxicsoport vagy halogénatom, például klór-, fluor- vagy brómatom jön számításba; vagy alkil-szulfonil-csoport, mint 1–4 szénatomos alkil-szulfonil-csoport, például metil-szulfonil-csoport. Bázisként alkálifém vagy alkáliföldfém-hidridek, mint NaH vagy  $CaH_2$ , alkálifém-hidroxidok, mint NaOH vagy KOH, alkálifém-alkoholátok, mint kálium-terc-butilát, alkálifém-karbonátok, mint nátrium-karbonát vagy kálium-karbonát, alkálifém-amidok, mint nátrium-amid vagy lítium-diizopropil-amid vagy tercier aminok használhatók. Szervetlen bázis használata esetén valamilyen fázistranszfer katalizátor is adható a reakcióelegyhez, ha ez növeli a kitermelést.

A (III) általános képletű szulfonokat úgy nyerjük, hogy valamely (IIIA) általános képletű, megfelelő 2-alkil-tio- vagy 2-fenil-tio-5,6-dihidrofuran[2,3-d]-pirimidint [lásd: Collect., Czeh. Chem. Commun. 32. köt., 1582. old. (1967)] oxidálószerrel, például klórral vízben vagy jégecetben hidrogén-peroxiddal oxidálunk enyhe reakciókörülmények között.

A (II) általános képletű közbenső termékek egyes esetekben ismertek vagy ismert előtermékekből kiin-

dulva szokásos módon állíthatók elő (lásd például az A–249 707, A–315 889 számú európai szabadalmi leírásokat vagy a 2 056 469 számú japán nyilvánossághozatali iratot vagy az 1987. 12. 08-i, 310 741 számú japán szabadalmi bejelentést). A következő (II) általános képletű közbenső termékek az 1989. 06. 14-i, 3 919 435.9 számú német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi leírás tárgyát képezik, és abban az esetben, ha X jelentése oxigénatom és  $R^4$  jelentése adott esetben halogénatommal szubsztituált fenilcsoport vagy 1-pirazolilcsoport, akkor azok az (A) reakciósema szerint valamely (IV) általános képletű – ahol  $R^5$  jelentése adott esetben szubsztituált 1–10 szénatomos, különösen 1–4 szénatomos alkilcsoport – 1,3-dikarbonil-vegyületből és valamely (V) általános képletű – ahol  $R^4$  jelentése adott esetben halogénatommal szubsztituált fenilcsoport vagy 1-pirazolilcsoport – ketonból állíthatók elő.

Ezzel alternatív módon a (II) általános képletű vegyületek a (B) reakciósema szerint valamely (IV') általános képletű – ahol Ph jelentése fenilcsoport – metilfoszforánból és valamely (V), általános képletű – ahol  $R^4$  jelentése adott esetben halogénatommal szubsztituált fenilcsoport, vagy 1-pirazolilcsoport – ketonból is előállíthatók.

A (IV), (IV') és (V) általános képletű vegyületek általában ismertek vagy a szokásos eljárásokkal könnyen előállíthatók. Bázisként a fentnevezett vegyületek jönnek számításba. Savként alkalmasak erős savak, például a hidrogén-klorid, hidrogén-bromid, tetrafluor-borsav, toluolszulfonsav vagy trifluor-ecetsav. A hidrogén-bromid lehasítás termikusan vagy valamely bázis, például szerves amin jelenlétében történhet.

A fentiekben leírt módon előállított (II) általános képletű közbenső termékeket szokásosan alkilészterek alakjában kapjuk meg. Ezek ismert eljárással a karbonsavakká hidrolizálhatók. Ez utóbbiakat a szakirodalomból ismert eljárásokkal olyan különböző észterekké lehet átalakítani, amelyek az (I) általános képletű hatóanyagok előállításához szükségesek.

Amennyiben a leírt módon előállított (I) általános képletű vegyületek esetében karbonsavakról van szó (vagyis abban az esetben, ha  $R^1$  jelentése hidroxilcsoport), akkor ezekből egyéb vegyületek például úgy is előállíthatók, hogy először a karbonsavat szokásos módon valamilyen aktivált formájává, mint halogenidjévé vagy imidazolidjává alakítjuk át, majd ezt azután a megfelelő hidroxilvegyülettel reagáltatjuk. Ez a két lépés például úgy is egyszerűsíthető, hogy a karbonsavat valamely vízlehasító szer, mint karbodiimid jelenlétében reagáltatjuk a hidroxil-vegyülettel.

Az (I) általános képletű vegyületek sóiként környezetbarát sók, például alkálifém-sók, különösen kálium- vagy nátriumsók, alkáliföldfém-sók, különösen kalcium- vagy magnéziumsók, valamint ammóniumsók, így tetraalkil-ammónium-sók vagy benzil-trialkil-ammónium-sók jönnek számításba.

A találmány szerinti gyomirtó készítmények például közvetlenül permetezhető oldatok, porok, szuszpenziók formájában, tömény vizes, olajos vagy egyéb szuszpen-

ziók vagy diszperziók, emulziók, olajos diszperziók, paszták, porozószerke, hintőporok vagy granulátumok alakjában permetezéssel, ködképzéssel, porozással, hintéssel vagy öntözéssel alkalmazhatók. Az alkalmazási formák a felhasználási célok szerint változnak. Minden esetben a találmány szerinti hatóanyagok lehető legfinomabb eloszlását kell lehetővé tenniük.

Az (I) általános képletű vegyületek általában alkalmasak közvetlenül permetezhető oldatok, emulziók, paszták vagy olajos diszperziók előállítására. Inert adalékanyagokként közepes vagy magas forráspontú ásványolaj-frakciók, mint kerozin vagy gázolaj, továbbá szénkátrány-olajok, valamint növényi vagy állati eredetű olajok, alifás, ciklikus és aromás szénhidrogének, például toluol, xilol, paraffin, tetrahidronaftalin, alkilezett naftalinok vagy származékait, metanol, etanol, propanol, butanol, ciklohexanol, ciklohexanon, klórbenzol, izoforon vagy erősen poláros oldószerek, mint N,N-dimetil-formamid, dimetil-szulfoxid, N-metil-pirrolidon, valamint víz jönnek számításba.

Vizes alkalmazási formák emulzió koncentrátumok, diszperziók, paszták, nedvesíthető porok vagy vízzel diszpergálható granulátumok alakjában, víz hozzáadásával készíthetők. Emulziók, paszták vagy olajos diszperziók előállítása céljából a szubsztrátumokat valamely olajban vagy oldószemben oldott alakban, nedvesítő, tapadást elősegítő, diszpergáló- vagy emulgeáló-szerekkel vízben homogenizálni lehet. De előállíthatók hatóanyagból, nedvesítő, tapadást elősegítő, diszpergáló vagy emulgeáló szerekből és esetlegesen oldószerekből vagy olajból álló koncentrátumok is, melyek alkalmasak arra, hogy vízzel legyenek hígíthatók.

Felületaktív szerekként aromás szulfonsavak alkáli-, alkáliföldfém-, vagy ammóniumsói, valamint zsírsavak, alkil- és alkil-aril-szulfonátok, alkil-, lauril-éter- és zsíralkohol-szulfonátok, valamint szulfonált hexa-, hepta- és oktadekanolok sói, valamint zsíralkohol-glikoléterek, naftalin és származékai formaldehiddel képezett kondenzációs termékei, a naftalin, illetve naftalinszulfonsav fenollal és formaldehiddel képezett kondenzációs termékei, poli-oxi-etilén-oktil-fenol-éterek, etoxilezett izooktil-, oktil- vagy nonil-fenol, tributil-fenil-poli(glikol-éter), alkil-aril-poli(éteralkoholok), izo-tridecyl-alkohol, zsíralkohol-etilén-oxid kondenzátumok, etoxilezett ricinusolaj, poli(oxi-etilén)-alkil-éterek vagy poli(oxi-propilén), lauril-alkohol-poli(glikol-acetát), szorbitészterek, ligninszulfid-szennylúgok vagy metil-cellulóz jönnek számításba.

A porozó- és hintőszerek a hatóanyagoknak valamely szilárd hordozóanyaggal végzett keverése vagy együttes őrlése útján állíthatók elő.

Granulátumok, például bevonó-, impregnáló- és homogén granulátumok a hatóanyagok szilárd hordozóanyagokra történő megkötése útján állíthatók elő. Szilárd hordozóanyagok az ásványi kőzetek, mint a szilikagél, kovasavak, kovasavgélek, szilikátok, talkum, kaolin, mészkő, mész, kréta, bólusz, lösz, agyag, dolomit, diatómaföld, kalcium- és magnézium-szulfát, magnézium-oxid, őrlött műanyagok, műtrágyák, mint az ammónium-szulfát, ammónium-foszfát, ammóni-

um-nitrát, karbamidok, valamint növényi termékek, mint takarónilisztt, fakéreg-, fa- és dióhéjliszt, cellulózpor és egyéb, szilárd hordozóanyagok.

A formált készítmények 0,1 és 95 tömeg% közötti, előnyösen 0,5 és 90 tömeg% közötti mennyiségű hatóanyagot tartalmaznak. A hatóanyagokat e készítményekben 90–100%-os, előnyösen 95–100%-os (NMR-spektrum szerinti) tisztaságban használjuk.

A találmány szerint előállított (I) általános képletű vegyületek például a következő módon formálhatók:

I. A 3.008 számú vegyület 90 tömegrészét 10 tömegrész N-metil-alfa-pirrolidonnal keverjük össze, és egy olyan oldatot kapunk, amely a legkisebb cseppméretű alakban történő alkalmazásra alkalmas.

II. A 3.013 számú vegyület 20 tömegrészét olyan elegyben oldjuk, amely 80 tömegrész xilolból, 10 tömegrész, 8–10 mól etilén-oxidnak 1 mól olajsav-N-mono-etanol-amidhoz kötött termékéből, 5 tömegrész dodecyl-benzolszulfonsav-kalciumsóból és 40 mól etilén-oxid 1 mól ricinusolajra kötött 40 mól etilén-oxidból áll. Kiöntés, és az oldat 100 000 tömegrész vízben végzett finom eloszlása útján olyan vizes diszperziót kapunk, amely 0,02 tömeg% hatóanyagot tartalmaz.

III. A 3.008 számú vegyület 20 tömegrészét olyan elegyben oldjuk, amely 40 tömegrész ciklohexanonból, 30 tömegrész izobutanolból, 20 tömegrész 7 mól etilén-oxidnak 1 mól izooktil-fenolhoz kötött termékéből, és 10 tömegrész 40 mól etilén-oxid 1 mól ricinusolajhoz kötött mennyiségéből áll. Az oldat 100 000 tömegrész vízbe töltése és abban történő finom eloszlása útján vizes diszperziót kapunk, amely 0,02 tömeg% hatóanyagot tartalmaz.

IV. 20 tömegrész 3.008 számú hatóanyagot olyan elegyben oldunk, amely 25 tömegrész ciklohexanonból, 65 tömegrész 210–280 °C forráspontú ásványolaj-frakcióból, valamint 10 tömegrész 40 mól etilén-oxid és 1 mól ricinusolaj aduktumából áll. Az oldat 100 000 tömegrész vízbe történő öntése, és abban végzett finom eloszlása útján olyan vizes diszperziót kapunk, amely 0,02 tömeg% hatóanyagot tartalmaz.

V. 20 tömegrész 3.008 számú hatóanyagot 3 tömegrész diizobutil-naftalin-alfa-szulfonsav-nátriumsóval, 17 tömegrész szulfid-szennylúgból származó lignin-szulfonsav-nátriumsóval és 60 tömegrész por alakú kovasavgéllal jól összekeverünk, és a keveréket kalapácsmalomban megőröljük. A keverék 20 000 tömegrész vízben végzett finom eloszlása után olyan permetlevet kapunk, amely 0,1 tömeg% hatóanyagot tartalmaz.

VI. 3 tömegrész 3.010 számú hatóanyagot 97 tömegrész finomeloszlású kaolinnal keverünk össze. Ezúton 3 tömeg% hatóanyagot tartalmazó porozószeret kapunk.

- VII. 30 tömegrész 3.013 számú hatóanyagot 92 tömegrész por alakú kovasavgéllal és 8 tömegrész paraffin-olajjal keverünk össze alaposan. Utóbbit a kovasavgél felületére porlasztjuk. Ezúton jó tapadóképeségű hatóanyag-készítményt kapunk.
- VIII. 20 tömegrész 3.008 számú hatóanyagot 2 tömegrész dodecil-benzolszulfonsav-kalciumsóval, 8 tömegrész zsíralkohol-poli-glikol-éterrel, 2 tömegrész fenol-karbamid-formaldehid kondenzátum-nátriumsóval és 68 tömegrész paraffinos ásványi olajjal keverünk alaposan össze. Stabil olajos diszperziót kapunk.

A gyomirtó szerek, illetve hatóanyagok alkalmazása kikeltetés előtti vagy kikeltetés utáni eljárással történhet. Abban az esetben, ha a hatóanyagok bizonyos kultúrnövények számára kevésbé elviselhetők, akkor olyan felhordási technikák alkalmazhatók, melyek során a gyomirtó szerek permetezőgéppel oly módon permetezhetők, hogy az érzékeny kultúrnövény leveleit ez lehetőleg ne érje, míg a hatóanyag a kultúrnövény alatt növekvő, nemkívánatos növényekre vagy le nem fedett termőföld-felületre jut (post-directed, lay-by).

A felhasználandó gyomirtó hatóanyag-mennyiség a növényvédelmi cél, évszak, célnövény és növekedési stádium szerint 0,001–1, előnyösen 0,01–0,5 kg/hektár aktív anyag.

A gyomirtó szerek, illetve hatóanyagok alkalmazása kikeltetés előtti vagy kikeltetés utáni eljárással történhet. Ha a hatóanyagok bizonyos kultúrnövények számára kevésbé elviselhetők, akkor olyan kihordási technikák alkalmazhatók, melyekkel a gyomirtó szereket úgy lehet a permetezőgéppel kiszórni, hogy azok lehetőség szerint ne jussanak az érzékeny kultúrnövények leveleire, de a kultúrnövények alatt növekvő nemkívánatos növények leveleire vagy a növényzettel nem borított talajfelületre kerüljenek (post-directed, lay-by).

A felhasznált hatóanyag-mennyiség a gyomirtás céljától, az évszaktól, a célnövénytől és a fejlettségi állapottól függ, és 0,001–1,0, előnyösen 0,01–1,0 kg/ha között van.

A találmány szerint előállított vegyületeket tartalmazó szerek alkalmazási módszereik sokoldalúságának következtében még számos, további kultúrnövényenél használhatók a nemkívánatos növények eltávolítására. A következő kultúrák jönnek például számításba:

Botanikai elnevezés	Magyar elnevezés
<i>Allium cepa</i>	hagyma
<i>Ananas comosus</i>	ananász
<i>Arachis hypogaea</i>	földimogyoró
<i>Asparagus officinalis</i>	spárga
<i>Beta vulgaris</i> spp. <i>altissima</i>	cukorrépa
<i>Beta vulgaris</i> spp. <i>rapa</i>	takarmányrépa
<i>Brassica napus</i> var. <i>napus</i>	repce
<i>Brassica napus</i> var. <i>napobrassica</i>	tővesrépa
<i>Brassica rapa</i> var. <i>silvestris</i>	répamag

	Botanikai elnevezés	Magyar elnevezés
	<i>Camellia sinensis</i>	teacserje
	<i>Carthamus tinctorius</i>	sáfrány (festőbogáncs)
5	<i>Carya illinoensis</i>	pekadiófa
	<i>Citrus limon</i>	citrom
	<i>Citrus sinensis</i>	narancs
	<i>Coffea arabica</i> ( <i>Coffea canephora</i> , <i>Coffea liberica</i> )	kávé
10	<i>Cucumis sativus</i>	uborka
	<i>Cynodon dactylon</i>	bermudafű
	<i>Daucus carota</i>	sárgarépa
	<i>Elaeis guineensis</i>	olajpálma
	<i>Fragaria vesca</i>	földieper
15	<i>Glycine max</i>	szójabab
	<i>Gossypium hirsutum</i> ( <i>Gossypium arboreum</i> , <i>Gossypium herbaceum</i> , <i>Gossypium vitifolium</i> )	gyapot
20	<i>Helianthus annuus</i>	napraforgó
	<i>Hevea brasiliensis</i>	parakaucsukfa
	<i>Hordeum vulgare</i>	árpa
	<i>Humulus lupulus</i>	komló
	<i>Ipomoea batatas</i>	édes burgonya
25	<i>Juglans regia</i>	dió
	<i>Lens culinaris</i>	lencse
	<i>Linum usitatissimum</i>	rostonövény
	<i>Lycopersicon lycopersicum</i>	paradicsom
	<i>Malus</i> spp.	alma
30	<i>Manihot esculenta</i>	manióka
	<i>Medicago sativa</i>	lucerna
	<i>Musa</i> spp.	gyümölcs- és lisztbanán
	<i>Nicotiana tabacum</i> ( <i>N. rustica</i> )	dohány
35	<i>Olea europaea</i>	olajfa
	<i>Oryza sativa</i>	rizs
	<i>Phaseolus lunatus</i>	holdbab
	<i>Phaseolus vulgaris</i>	bokorbab
	<i>Picea abies</i>	vörösfenyő
40	<i>Pinus</i> spp.	erdei fenyő
	<i>Pisum sativum</i>	zöldborsó
	<i>Prunus avium</i>	cseresznye
	<i>Prunus persica</i>	őszibarack
	<i>Pyrus communis</i>	körte
45	<i>Ribes sylvestre</i>	málna
	<i>Ricinus communis</i>	ricinus
	<i>Saccharum officinarum</i>	cukornád
	<i>Secale cereale</i>	roz
	<i>Solanum tuberosum</i>	burgonya
50	<i>Sorghum bicolor</i> ( <i>S. vulgare</i> )	köles
	<i>Theobroma cacao</i>	kakaófa
	<i>Trifolium pratense</i>	lóhere
	<i>Triticum aestivum</i>	búza
	<i>Triticum durum</i>	keménybúza
55	<i>Vicia faba</i>	lőbab
	<i>Vitis vinifera</i>	szőlő
	<i>Zea mays</i>	kukorica

A szerek, illetve az azoknál előállított használatra kész készítményeket, mint oldatokat, emulziókat, szuszpenziókat, porokat, hintőporokat, pasztákat is-

mert módon alkalmazzuk, például permetezéssel, köd-permet képzéssel, porszórással, hintéssel, csávázással vagy öntözéssel.

A hatásspektrum kibővítése és hatásfokozás elérése érdekében a találmány szerinti (I) általános képletű vegyületeket számos egyéb, növekedést szabályozó vagy herbicid hatóanyag-féleséggel lehet keverni és együttesen kihordani. Keverési hatóanyagok lehetnek például a diazinok, a 4H-3,1-benzoxazin-származékok, benzo-tiadiazonok, 2,6-dinitro-anilinek, N-fenil-karbamátok, tiolkarbamátok, halogénezett karbonsavak, triazinok, amidok, karbamidok, difenil-éterek, triazinonok, uracilek, benzofurán-származékok, ciklohexán-1,3-dion-származékok, kinolinkarbonsav-származékok, ariloxi-, heteroaril-oxi-fenoxi-propionsavak, valamint ezek sói, észterei és amidjai, valamint egyéb hatóanyagok.

Ezenkívül hasznos lehet az is, ha az (I) általános képletű vegyületeket önmagukban vagy egyéb herbicid, valamint még további növényvédő szerekkel kombinált formában hordjuk ki, például kártevők elleni szerekkel vagy fitopatogén gombák vagy baktériumok elleni szerekkel kombinált formában. Érdekes továbbá, a készítmények ásványi sóoldatokkal való keverhetősége, ez utóbbiakat tápanyag- vagy nyomelemhiány megszüntetésére használjuk. A készítményekhez nemfitotoxikus olajok és olajkoncentrátumok is hozzáadhatók.

#### Előállítási példák

Az alábbi példákban megadott előiratokat a kiindulási anyagok megfelelő megváltoztatása mellett további (I), illetve (II) általános képletű vegyületek előállítására használtuk fel. Az így nyert vegyületeket az alábbi táblázatokban fizikai jellemzők feltüntetésével szerepeltetjük. Az ezen adatok nélkül szereplő vegyületek az előiratok alapján analóg módon szintetizálhatók. A III. táblázatban szerepeltetett szerkezetek a különböző előnyös (I) általános képletű hatóanyagokat írják le.

#### 1. példa

##### 6-Fenil-szalicilsav-metil-észter

#### 1. variáns

58 g (0,5 mól) acetecetsav-metil-észtert 0,5 g nátrium-hidrid 100 ml víztelenített etil-alkohollal készített oldatához adunk, hozzácsepegtetünk gyorsan 66 g (0,5 mól) fahéjaldehydet és az elegyet kb. 10 órán át szobahőmérsékleten keverjük. A reakcióelegyet ezután 0 °C-on száraz sósavgázzal telítjük, majd ezt követően kb. 1 napon át szobahőmérsékleten (20 °C) keverjük. Az oldószert eltávolítjuk, a maradékot vákuumban desztilláljuk, amikor is sósavgáz válik szabaddá. A 115–165 °C-on 0,2 mbar nyomáson átdestilláló párlatokat egyesítjük és kovasavgélen (eluálás toluol/ciklohexán eleggyel) kromatografáljuk. 33,7 g sárga színű olajat kapunk közbenső termékként. Ezt 150 ml metilén-kloridban oldjuk és 0 °C-on 22,9 g (0,14 mól) 150 ml jégecetben oldott brómot adunk lassan hozzá, lassan felmelegítjük és 1 órán át visszafolyató hűtő alkalmazása mellett forraljuk. A reakcióoldatokat

200 ml metilén-kloridba és 500 ml vízbe öntjük. A szerves fázist elválasztjuk és a szokásos módon feldolgozzuk. Közbenső termékként egy sárga színű szilárd anyagot kapunk, amelyet további feldolgozás céljára 400 ml metil-terc-butil-éterben oldunk fel. (0,56 mól) trietil-amint adunk hozzá és 5 órán át visszafolyató hűtő használata mellett forraljuk. Ezután 300 ml vizet adunk hozzá, a szerves fázist elválasztjuk és a szokásos módon dolgozzuk fel. A maradékot 100–114 °C-on 0,2 mbar nyomáson ledesztilláljuk.

Kitermelés: 11,9 g.

#### 2. variáns

57 g (0,15 mól) 4-(trifenil-foszfor-anilid)-acetecetsav-metil-észterhez 700 ml tetrahidrofuranban részletekben, nitrogénatmoszféra alatt 8,55 g (0,3 mól) 85 %-os nátrium-hidridet adunk, majd ezután az elegyet 35 °C-ra melegítjük. Ezen a hőmérsékleten részletekben 20 g (0,15 mól) fahéjaldehydet adunk, és ezután 5–10 csepp vizet csepegtetünk hozzá. A reakció eleinte exoterm lefolyású, ezért az elegyet hűteni kell. Ezután 35 °C-on addig keverjük, amíg az ilid teljesen elreagál (vékonyréteg-kromatográfiás ellenőrzés, kb. 12–14 óra). A reakcióelegyet ezután 10 %-os sósavval megsavanyítjuk és 1 l víz hozzáadása után négyszer, egyenként 150 ml éterrel extraháljuk. Az egyesített éteres fázisokat 200 ml vízzel és 200 ml telített nátrium-klorid-oldattal rázzuk ki, és nátrium-szulfáton végzett szárítás után bepároljuk. A visszamaradt feketés-barna maradékot 400 ml metil-terc-butil-éterben vesszük fel és több órán át főzzük. Lehűlés után az oldhatatlan maradéktól (trifenil-foszfin-oxid) leszűrjük és a szűrletet bepároljuk. A visszamaradt olajat kovasavgélen végzett kromatográfiával (futtatószer: toluol/etil-acetát egyre növekvő etil-acetát tartalommal) tisztítjuk.

A trifenil-foszfin-oxid előtti minden frakciót egyesítünk, és a fenti előirat szerint brómozzuk, aromatizáljuk és feldolgozzuk; 14,5 g terméket kapunk.

Analóg módon állíthatók elő például a következő vegyületek is:

6-(3,5-diklór-fenil)-szalicilsav-metil-észter,  
<sup>1</sup>H-NMR-spektrum (CDCl<sub>3</sub>), delta: 3,58 (s, 3H), 6,70 (d, 1H), 7,05 (d, 1H), 7,10 (d, 2H), 7,25–7,40 (m, 2H), 10,85 (s, 1H).

6-(2,4-diklór-fenil)-szalicilsav-metil-észter,  
<sup>1</sup>H-NMR-spektrum (CDCl<sub>3</sub>), delta: 3,58 (s, 3H), 6,65 (d, 1H), 7,0–7,5 (m, 5H), 11,1 (s, 1H).

#### 2. példa

Általános előirat az (I) általános képletű szalicilsav-származékok előállítására

A mindenkori aromás 2-hidroxi-karbonsav 0,073 mólját 320 ml szárított dimetil-szulfoxidban oldjuk és részletekben 16,4 g (0,146 mól) kálium-terc-butilátot adunk hozzá, amikor is a reakcióelegy hőmérséklete kb. 30 °C-ra emelkedik. Szobahőmérsékletre hűtjük, 16,8 g (0,073 mól) 4-metoxi-2-metil-szulfonil-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidint adunk hozzá és kb. 1 órán át szobahőmérsékleten keverjük. A reakcióelegyet kb. 2 l hideg vízbe öntjük, sósavval megsavanyítjuk és metil-terc-butil-éterrel extraháljuk. A szokásos feldolgozás

után a visszamaradt nyersterméket szükség esetén alkalmas oldószerrel végzett összekeveréssel vagy szilikagélens kromatográfiával tisztíthatjuk.

### 3. példa

Általános előirat az (I) általános képletű szalicilsav-származékok előállítására

5,1 g kálium-hidroxidot és a mindenkori 2-hidroxi-karbonsav 0,08 mól-ját 80 ml metanolban oldjuk, szobahőmérsékleten 10 percig keverjük és vákuumban bepároljuk. Ezután szárítás céljából ismételt toluolt adunk hozzá és azt 50 °C-on vákuumban elpárologtatjuk. Az így nyert halványpiros port 300 ml dimetilszulfoxidban vesszük fel és szobahőmérsékleten részletekben 2,9 g 80 %-os nátrium-hidridet adunk hozzá, minek hatására gázfejlődés lép fel.

Ha már több gáz nem képződik, hozzácsepegtetjük 0,08 mól 4-metoxi-2-metil-szulfonil-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin 80 ml dimetil-szulfoxidral készült oldatát és 0,5 órán át még keverjük. 2 l vízbe öntjük, ecetsavval semlegesítjük és metilén-kloriddal mossuk. Ezután sósavval erősen megsavanyítjuk és metil-terc-butil-éterrel többször extraháljuk. A szerves fázist nátrium-szulfáton szárítjuk és az oldószert vákuumban elpárologtatjuk. A visszamaradt anyag szilikagélens kromatográfiával tisztítható.

### 4. példa

Általános előirat (I) általános képletű aromás karbonsav-oxim-észterek és hasonló vegyületek előállítására

3,2 mól 20 ml dimetoxi-etánban előkészített mindenkori aromás 2-(4-metoxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin-2-il)-oxi-karbonsavhoz 3,2 mól nátrium-hidridet adunk, amikor is azonnal gázfejlődés lép fel. Az elegyet szobahőmérsékleten még 1 órán át keverjük, 0 °C-ra hűtjük és 3,5 mmól oxalil-kloridot adunk hozzá. Még 1 órán át keverjük, majd az oxalil-klorid fölöslegének eltávolítására az oldószert kb. 30 %-át vákuumban elpárologtatjuk. A mindenkori oxim- vagy hasonló hidroxivegyület 4,2 mmól-jának 10 ml dimetoxi-etános oldatát adjuk hozzá, majd ezután 3,2 mmól piridint 0 °C-on és 1 órán át szobahőmérsékletre hagyjuk melegedni. Az elegyet 120 ml hideg vízbe öntjük és metilén-kloriddal extraháljuk. A szerves fázist nátrium-szulfáton szárítjuk és vákuumban bepároljuk. A visszamaradó anyag szilikagélens végzett kromatográfiával tovább tisztítható.

### 5. példa

a) 2-metoxi-6-(pirazol-1-il)-benzonitril

41,2 g (0,273 mmól) 50 ml N,N-dimetil-etilén-karbamidban oldott 2-metoxi-6-fluor-benzonitrilhez [előállítás: J. Heterocycl. Chem. 25. köt., 1173. old. (1988)] nitrogéngáz alatt 25 °C-on (ekvimoláris mennyiségű pirazolból és nátrium-hidridből előállított) 0,273 mól 140 ml N,N-dimetil-etilén-karbamidban oldott nátrium-pirazolidot csepegtetünk és az elegyet 2 órán át 60 °C-on keverjük. Lehűlés és a reakcióelegy 4 l jeges vízbe keverése, a kicsapódott kristályok leszi-

vatása és szárítása után 37,1 g 93–94 °C olvadáspontú terméket kapunk.

b) 2-metoxi-6-(pirazol-1-il)-benzoesav-O-etil-imino-észter

5 68,0 g 30%-os, etil-alkoholos száraz sósavgáz oldatba keverés közben 37,1 g (0,286 mól) 2-metoxi-6-(pirazol-1-il)-benzonitrilt adunk 0 °C-on, a légnedveség kizárása mellett. 20 ml etil-alkohollal végzett hígítás után a reakcióelegyet szobahőmérsékleten 48 órán át keverjük, 500 ml jeges vízbe öntjük, és 2 n nátrium-hidroxid, majd telített nátrium-hidrogén-karbonát-oldat hozzáadásával a pH-t 7-re állítjuk be. A kicsapódott kristályok leszívása és szárítása után 30,3 g 72–73 °C olvadáspontú terméket kapunk.

15 c) 2-metoxi-6-(pirazol-1-il)-benzoesav-etil-észter

29,0 g (0,118 mól) 2-metoxi-6-(pirazol-1-il)-benzoesav-O-etil-imino-észtert és 300 ml sósavat 16 órán át 50 °C-on keverünk. Lehűlés után a reakcióelegyet egyenként 100 ml metilén-kloriddal háromszor extraháljuk. Az extraktum bepárlása után 16,7 g maradékot kapunk, amelyet kovasavgélens 9:1 arányú toluol/etil-acetáttal kromatografálunk. 13,4 g 159–163 °C olvadáspontú terméket kapunk.

25 d) 15,3 g (0,062 mól) 140 ml metilén-kloridban oldott 2-metoxi-6-(pirazol-1-il)-benzoesav-etil-észterhez

20–25 °C-on 200 ml (0,2 mól) 1 mólós bór-tribromid oldatot csepegtetünk. Az elegyet kb. 10 órán át szobahőmérsékleten keverjük, majd azután 0 °C-on 160 ml etil-alkoholt csepegtetünk hozzá. 15 percig keverjük, azután az oldószert vákuumban 30 °C-on eltávolítjuk, majd a maradékot 200 ml vízzel keverjük el. A maradékot egyenként 70 ml dietil-éterrel háromszor extraháljuk, bepároljuk és a nyersterméket kovasavgélens toluol/etil-acetát oldószereleggyel kromatografáljuk.

35 Kitermelés: 8,7 g termék, olaj alakjában.

<sup>1</sup>H-NMR-spektrum (kiválasztott jelek), delta: 0,98 (t), 4,10 (q), 6,38, 6,90, 7,10, 7,45 (t), 7,60, 7,70, 10,70 (s).

40 Ezekből a vegyületekből a 6-(pirazol-1-il)-szalicilsav híg nátrium-hidroxiddal végzett hidrolízissel nyerhető (olvadáspont: 175–179 °C).

### I. táblázat

(II) általános képletű szalicilsav-származékok (X = O)

Példa száma	R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	Fizikai jellemzők Olvadáspont (°C)
1.001	OH	2-fluor-fenil	
1.002	OH	4-fluor-fenil	250–255 (bomlik) <sup>a)</sup>
1.003	OH	2,6-difluor-fenil	
1.004	OH	2,4-difluor-fenil	
1.006	OH	2-klór-fenil	168–179
1.007	OH	2-bróm-fenil	
1.008	OH	2-klór-6-fluor-fenil	
1.009	OH	pentafluor-fenil	
1.010	OH	2,4-diklór-fenil	

Példa száma	R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	Fizikai jellemzők Olvadáspont (°C)
1.011	OH	2,6-diklór-fenil	
1.012	OH	2-klór-4-fluor-fenil	
1.013	OH	3,5-diklór-fenil	
1.023	OH	2,3,5-triklór-fenil	
1.034	OH	3-bróm-fenil	
1.035	OH	3-klór-fenil	
1.036	OH	4-bróm-fenil	168–175
1.037	OH	4-klór-fenil	
1.042	OH	fenil	
1.043	ONa	fenil	
1.046	OH	pirazol-1-il	175–179
1.142	OCH <sub>3</sub>	1,4-diklór-fenil	120–147/0,53
1.143	OCH <sub>3</sub>	3,5-diklór-fenil	145–160/0,27
1.144	OCH <sub>3</sub>	pirazol-1-il	olaj
1.145	OCH <sub>3</sub>	4-fluor-fenil	114–135/0,27
1.161	OCH <sub>3</sub>	4-bróm-fenil	156–173/1,33
1.162	OCH <sub>3</sub>	2-klór-fenil	126–151/0,4
1.163	OCH <sub>3</sub>	fenil	147–172/0,8
1.167	OCH <sub>3</sub>	4-klór-fenil	120–150/0,66
1.168	OCH <sub>3</sub>	2-fluor-fenil	80–95/0,57
1.172	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	fenil	150–162/1,33
1.177	O-pyr <sup>b)</sup>	fenil	

a) = a megfelelő dikáliumsó adatai

b) pyr = 1-pirazolil;

#### 6. példa

##### 2-Metil-szulfonil-4-metoxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]piridin előállítás

2-metil-tio-4-klór-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin

65,8 g (0,357 mól) 2-metil-tio-4-hidroxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin [Collect, Czech. Chem. Commun. 32. köt., 1582. old. (1967)] 900 ml klór-benzollal készült oldathoz 125–130 °C-on 212,0 g (1,07 mól) triklór-metil-klór-formiátot adunk 3 óra alatt, mikor is háromszori alkalommal egyenként 0,5 ml dimetilformamidot adunk az elegyhez. 130 °C-on 1 órán át végzett keverés után a reakcióelegyet vákuumban bepároljuk, és a maradékot (74 g olaj) szilikagélen (9:1 térfogatarányú toluol-ciklohexán eleggyel) kromatografáljuk. Kitermelés: 17,0 g, 68–71 °C olvadáspontú fent nevezett termék.

2-metil-tio-4-metoxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin

17,0 g (84 mmól) 2-metil-tio-4-klór-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidinhez 90 ml metanolt adunk, 45 °C-on 21,1 g (0,117 mól) 30 t%-os nátrium-etilátoldatot csepegtetünk hozzá és az elegyet 2 órán át 50 °C-on keverjük. Némi jégcettel pH = 6-ra végzett semlegesítés után a reakcióelegyet 350 ml jeges víz-

be keverjük be. Leszívás, vizes mosás és szárítás után 15,1 g, 90–92 °C olvadáspontú fentnevezett terméket kapunk.

2-metil-szulfonil-4-metoxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin

15,1 g (76 mmól) 2-metil-tio-4-metoxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin 120 ml metilén-kloriddal és 76 ml vízzel készült elegybe 0–5 °C-on keverés közben klórgázt vezetünk be mindaddig, amíg a reakcióelegy halványsárga színűvé válik. 30 perces utókeverés után a szerves fázist elválasztjuk és a vizes fázist 100 ml metilén-kloriddal extraháljuk. Az egyesített szerves fázisokat megszáritjuk és bepároljuk. A maradékból (16,7 g) szilikagélen (4:1 térfogatarányú) toluol-(etil-acetát) oldószerrel végzett kromatografálással 5,6 g fent nevezett, 122–124 °C olvadáspontú terméket izolálunk.

#### 7. példa

##### 2-metil-szulfonil-4-metil-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin

A 6. példában leírtakkal analóg módon 2-metil-tio-4-metil-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidinből [Collect. Czech. Chem. Commun., 32. köt., 1582. old. (1967)] a fenti, 85–90 °C olvadáspontú terméket kapjuk 80%-os kitermeléssel.

Ennek megfelelő módon nyerhetők a II. táblázatban felsorolt (III) általános képletű szulfonok.

II. táblázat

R <sup>13</sup>	R <sup>2</sup>	Fizikai jellemzők (°C)
CH <sub>3</sub>	Cl,	
CH <sub>3</sub>	OCHF <sub>2</sub>	
CH <sub>3</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	OCH <sub>3</sub>	

#### 8. példa

##### 3-(4-metoxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin-2-il)-oxi-bifenil-2-karbonsav (5.001 számú vegyület)

1,50 g (7 mmól) 6-fenil-szalicilsavhoz 15 ml száraz dimetil-szulfoxidban 1,57 g (14 mmól) káliumterc-butilátot adunk és az elegyet 1 órán át szobahőmérsékleten keverjük. 1,61 g (7 mmól) 2-metil-szulfonil-4,6-dimetoxi-5,6-dihidrofuran[2,3-d]pirimidin hozzáadása után a reakcióelegyet 48 órán át szobahőmérsékleten keverjük, majd 300 ml olyan vízbe öntjük, amelyhez 2,5 ml foszforsavat adunk. A csapadékot elválasztjuk, toluollal pépesítjük és leszívjuk. A nyerstejből 1 órás, 0,5 ml foszforsavból és 10 ml vízből készült elegyben végzett keverés, leszívás és szárítás után a fenti, 176–178 °C olvadáspontú termék 1,3 g-ját kapjuk.

III. táblázat

Példa száma	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	X	R <sup>4</sup>	Fizikai jellemzők Olvadáspont (°C)
3.001	OH	CH <sub>3</sub>	O	H	
3.002	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	H	101–103

Példa száma	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	X	R <sup>4</sup>	Fizikai jellemzők Olvadáspont (°C)
3.003	OH	CH <sub>3</sub>	O	Cl,	
3.004	OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	Cl	124–127
3.006	OH	OCH <sub>3</sub>	O	H	
3.007	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	O	H	107
3.008	OH	OCH <sub>3</sub>	O	Cl	170
3.009	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	O	Cl	
3.013	OH	OCH <sub>3</sub>	S	Cl	155–160
3.014	OH	OCH <sub>3</sub>	O	F	
3.024	O-(1-pir- azolil)	OCH <sub>3</sub>	O	Cl	<sup>1</sup> H-NMR (CDCl <sub>3</sub> ) (ppm): 3,08 (t, 2H), 3,82 (s, 3H), 4,71 (t, 2H), 6,32 (t, 1H), 6,9– 7,6 (m, 5H)

## IV. táblázat

(I) általános képletű vegyületek, ahol X jelentése oxigénatom

Példa száma	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>4</sup>	Fizikai jellemzők Olvadáspont (°C)
5.001	OH	OCH <sub>3</sub>	fenil	176–178
5.002	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	fenil	
5.006	OH	OCH <sub>3</sub>	2-fluor-fenil	
5.007	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OCH <sub>3</sub>	3-fluor-fenil	
5.008	OH	OCH <sub>3</sub>	4-fluor-fenil	
5.009	OH	OCH <sub>3</sub>	2,6-difluor-fenil	
5.010	OH	OCH <sub>3</sub>	2,4-difluor-fenil	
5.012	H	OCH <sub>3</sub>	2,3-difluor-fenil	
5.013	OH	OCH <sub>3</sub>	2-klór-fenil	
5.014	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OCH <sub>3</sub>	2-jód-fenil	
5.016	OH	OCH <sub>3</sub>	2-bróm-fenil	
5.017	OH	OCH <sub>3</sub>	2-klór-6-fluor-fenil	
5.018	OH	OCH <sub>3</sub>	pentafluor-fenil	
5.019	OH	OCH <sub>3</sub>	2,4-difluor-fenil	
5.020	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	2,4-diklór-fenil	
5.021	OH	OCH <sub>3</sub>	2,6-diklór-fenil	
5.022	OH	OCH <sub>3</sub>	2-klór-4-fluor-fenil	
5.023	OH	OCH <sub>3</sub>	3,5-diklór-fenil	
5.025	OH	OCH <sub>3</sub>	2-metil-fenil	

Példa száma	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>4</sup>	Fizikai jellemzők Olvadáspont (°C)
5.026	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OCH <sub>3</sub>	2-metil-fenil	
5.038	OH	OCH <sub>3</sub>	2,3,5-triklór-fenil	
5.051	OH	OCH <sub>3</sub>	3-bróm-fenil	
5.052	OH	OCH <sub>3</sub>	3-klór-fenil	
5.053	OH	OCH <sub>3</sub>	4-bróm-fenil	op.: 169–174
5.054	OH	OCH <sub>3</sub>	4-klór-fenil	op.: 167–168
5.058	O-(1-pir- azolil)	OCH <sub>3</sub>	fenil	

## V. táblázat

(I) általános képletű vegyületek, ahol X jelentése oxigénatom

Példa száma	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>4</sup>	Fizikai jellemzők dermedéspont (°C)
6.001	OH	OCH <sub>3</sub>	pirazol-1-il	169–172 (bomlik)
6.002	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OCH <sub>3</sub>	pirazol-1-il	

## Alkalmazási példák a gyomirtó hatásra

Az (I) általános képletű karbonsav-származékok gyomirtó hatását hajtatóházi kísérletekkel mutattuk ki.

A vizsgálati növények tenyésztésére 300 cm<sup>3</sup> térfogatú műanyag virágcserepek szolgáltak, amelyek kb. 3% humuszt tartalmazó agyagos homokkal mint szubsztrátummal voltak töltve. A vizsgálati növények vetőmagjait fajták szerint elválasztva lapjukra ültették be.

Kikelés előtti kezelésnél az elkészített hatóanyagokat közvetlenül az elültetés után juttattuk a földfelületre. A hatóanyagokat vízben mint szétoszlató szerben szuszpendáltuk vagy emulgeáltuk, és finoman eloszlató fúvókán át permeteztük ki. A szerek kiszórása után az edényeket gyengén esőztettük, hogy a csírázást és növekedést megindítsuk. Ezután az edényeket átlátszó műanyag fedelelkel fedtük le, míg a növények ki nem nőttek. Ez a lefedés a vizsgálati növények egyenletes csírázását segíti elő, amennyiben a hatóanyagok ezt nem csökkentik.

Kikelés utáni kezelés céljából a vizsgálati növényeket alakjuktól függően 3–15 cm magasra hagytuk nőni, és csak ezután kezeltük a vízben szuszpendált vagy emulgeált hatóanyagokkal. A vizsgálati növényeket vagy direkt úton ültették és ugyanabban az edényben nevelték fel vagy azokat, mint palántákat külön termesztették, és néhány nappal a kezelés előtt ültették át a kísérleti edényekbe. A kikelés utáni kezelés esetében 0,06 kg hatóanyagot alkalmaztunk hektáronként. Ebben az esetben nem fedtük le az edényeket.

A kísérleti edényeket hajtatóházban helyeztük el. Meleget kedvelő fajtáknál 20–35 °C a szükséges hőmérséklet, hidegebb klímát kedvelőknél 10–25 °C az előnyös. A kísérleti időtartam 2–4 hét volt. Ezidő alatt a növényeket ápoltuk és kiértékeljük reakciójukat az egyes kezelések hatására.



A kiértékelés 0-tól 100-ig terjedő skála szerint történt. A 100-as érték azt jelenti, hogy a növények nem keltek ki, illetve legalábbis föld feletti részeik teljesen elpusztultak. A 0 érték azt jelenti, hogy nem károsodtak vagy normálisan növekedtek.

A hajtatóházi kísérletekben használt növények a következő fajtákból álltak:

Rövidítés	Latin elnevezés	Magyar elnevezés
ABUTH	Abutilon theophrasti	kínai kender
AMARE	Amaranthus retroflexus	visszahajló róka farkok
SOLNI	Solanum nigrum	fekete éjszaka-árny

Kikelés után alkalmazott eljárással 0,06 kg/ha mennyiségű 3.008 és 3.013 sz. vegyülettel a nem kívánt növények jól kipszűrhetőek voltak.

A 3.008 számú hatóanyag széleslevelű gyomokat irtó hatása és a haszonnövények tűrőképessége 0,06 kg/ha adagban növényházban kikelés után alkalmazva:

Növények	Károsodás, %
őszi búza	0
ABUTH	100
AMARE	100
SOLNI	100

A 3.013 számú hatóanyag széleslevelű gyomokat irtó hatása és a haszonnövények tűrőképessége 0,06 kg/ha adagban növényházban kikelés után alkalmazva:

Növények	Károsodás, %
gyapot	20
ABUTH	100
AMARE	100
SOLNI	100

## SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Gyomirtó készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 0,1–95 tömeg% mennyiségben (I) általános képletű szalicilsav-származékot – a képletben

R<sup>1</sup> jelentése –OR<sup>5</sup> általános képletű csoport, amelyben R<sup>5</sup> jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkil- vagy 1-pirazolilcsoport, alkálifémion, alkáliföldfémion vagy helyettesített szerves ammóniumion,

R<sup>2</sup> jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos alkoxicsoprot,

R<sup>4</sup> jelentése hidrogén- vagy halogénatom, 1-pirazolilcsoport vagy adott esetben halogénatommal helyettesített fenilcsoport, és

X jelentése oxigén- vagy kénatom – tartalmaz a szokásos segédanyagokkal együtt. (Elsőbbsége: 1991. 08. 10.)

2. Eljárás az (I) általános képletű szalicilsav-származékok – a képletben

R<sup>1</sup> jelentése –OR<sup>5</sup> általános képletű csoport, amelyben R<sup>5</sup> jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkil- vagy 1-pirazolilcsoport, alkálifémion, alkáliföldfémion vagy helyettesített szerves ammóniumion,

5 R<sup>2</sup> jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos alkoxicsoprot,

R<sup>4</sup> jelentése hidrogén- vagy halogénatom, 1-pirazolilcsoport vagy adott esetben halogénatommal helyettesített fenilcsoport, és

10 X jelentése oxigén- vagy kénatom – előállítására, *azzal jellemezve*, hogy egy (II) általános képletű szalicilsav-származékot – a képletben X, R<sup>1</sup> és R<sup>4</sup> a fenti jelentésűek – szerves bázis jelenlétében egy (III) általános képletű szulfonnal – a képletben R<sup>2</sup> a fenti jelentésű és R<sup>13</sup>SO<sub>2</sub>– nukleofug lehasadó csoport – reagáltatunk, és kívánt esetben a kapott (I) általános képletű vegyületet alkálifém-, alkáliföldfém- vagy szerves ammóniumsójává átalakítjuk. (Elsőbbsége: 1991. 08. 10.)

20 3. Gyomirtó készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként 0,1–95 tömeg% mennyiségben (I) általános képletű szalicilsav-származékot – a képletben

R<sup>1</sup> jelentése –OR<sup>5</sup> általános képletű csoport, amelyben R<sup>5</sup> jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, alkálifémion, alkáliföldfémion vagy helyettesített szerves ammóniumion,

25 R<sup>2</sup> jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos alkoxicsoprot,

R<sup>4</sup> jelentése hidrogén- vagy halogénatom, 1-pirazolilcsoport vagy adott esetben halogénatommal helyettesített fenilcsoport, és

30 X jelentése oxigén- vagy kénatom – tartalmaz a szokásos segédanyagokkal együtt. (Elsőbbsége: 1990. 12. 14.)

35 4. Eljárás az (I) általános képletű szalicilsav-származékok – a képletben

R<sup>1</sup> jelentése –OR<sup>5</sup> általános képletű csoport, amelyben R<sup>5</sup> jelentése hidrogénatom, 1–4 szénatomos alkilcsoport, alkálifémion, alkáliföldfémion vagy helyettesített szerves ammóniumion,

40 R<sup>2</sup> jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos alkoxicsoprot,

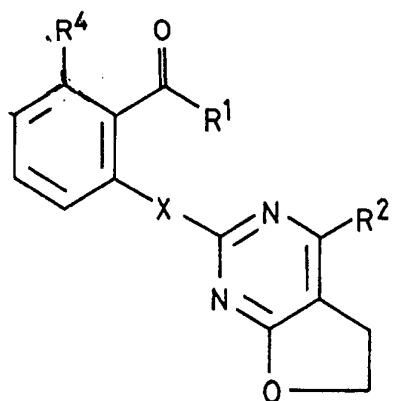
R<sup>4</sup> jelentése hidrogén- vagy halogénatom, 1-pirazolilcsoport vagy adott esetben halogénatommal helyettesített fenilcsoport, és

45 X jelentése oxigén- vagy kénatom – előállítására, *azzal jellemezve*, hogy egy (II) általános képletű szalicilsav-származékot – a képletben X, R<sup>1</sup> és R<sup>4</sup> a fenti jelentésűek – szerves bázis jelenlétében egy (III) általános képletű szulfonnal – a képletben R<sup>2</sup> a fenti jelentésű és R<sup>13</sup>SO<sub>2</sub>– nukleofug lehasadó csoport – reagáltatunk, és kívánt esetben a kapott (I) általános képletű vegyületet alkálifém-, alkáliföldfém- vagy szerves ammóniumsójává átalakítjuk. (Elsőbbsége: 1990. 12. 14.)

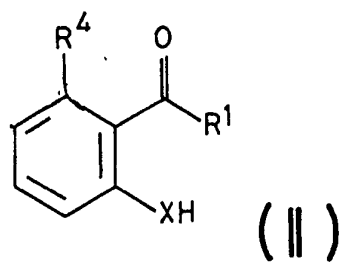
50 50 R<sup>2</sup> jelentése 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos alkoxicsoprot,

55 R<sup>4</sup> jelentése hidrogén- vagy halogénatom, 1-pirazolilcsoport vagy adott esetben halogénatommal helyettesített fenilcsoport, és

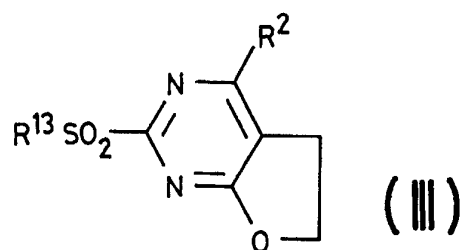
X jelentése oxigén- vagy kénatom – tartalmaz a szokásos segédanyagokkal együtt. (Elsőbbsége: 1990. 12. 14.)



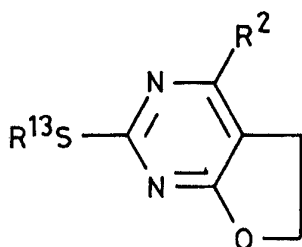
(I)



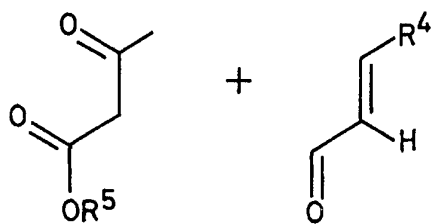
(II)



(III)



(III A)

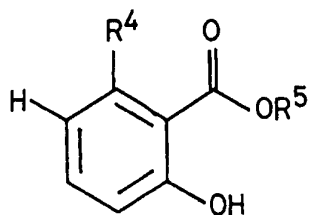


(IV)

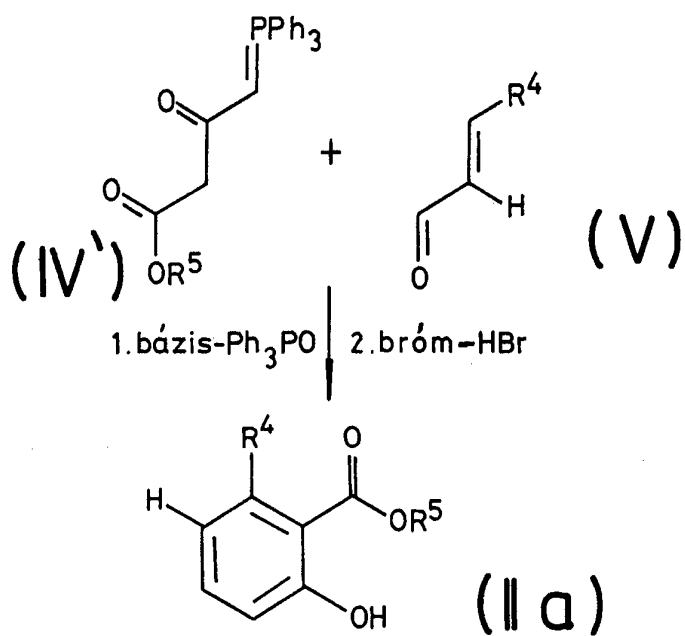
1. bázis  
 2. sav  
 3. bróm  
 4. -HBr

(V)

[A]



(II a)



[ B ]