



УКРАЇНА

(19) UA (11) 34258 (13) A

(51) 6 A01N1/00, C07D249/12

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо-ефір 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти як гербіцид

(21) 99063422

(22) 18.06.1999

(24) 15.02.2001

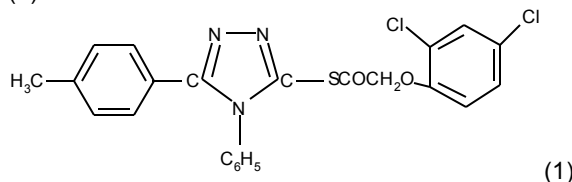
(33) UA

(46) 15.02.2001, Бюл. № 1, 2001 р.

(72) Станінець Василь Іванович, Сергучов Юрій Олексійович, Петренко Володимир Степанович, Трач Валентина Василівна, Швартау Віктор Валентинович

(73) Інститут органічної хімії Національної Академії Наук України, Інститут фізіології рослин і генетики Національної академії наук України

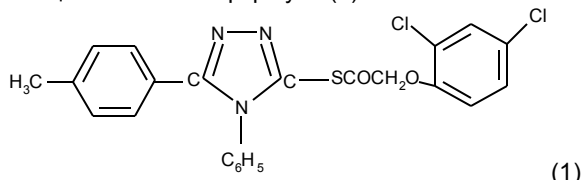
(57) 5-(4-Метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо-ефір 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти формули (1)



як гербіцид.

(1)

Винахід відноситься до області органічної хімії, конкретно до нової сполуки 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо) ефіра 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти формули (1):



(1)

яка має високу ефективність в боротьбі з одно- і дводольними бур'янами і як гербіцид може бути застосована у сільському господарстві.

Відомо використання в якості гербіцида 2,4-Д [1], який є найбільш близьким до запропонованої сполуки (1) за хімічною структурою. 2,4-Д прийнятий нами в якості базової сполуки.

Загальними ознаками запропонованої сполуки (1) і гербіцида 2,4-Д є те, що вони відносяться до одного класу хімічних сполук - похідних 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти, мають гербіцидні властивості і відносяться до малотоксичних сполук.

Відмінні ознаки:

Запропонована сполука (1) є складним ефіром, який включає фрагменти 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти і заміщеного 1,2,4-триазолтіолу.

Базова сполука 2,4-Д за хімічним складом є 2,4-дихлорфеноксіоцтовою кислотою.

Запропонована сполука (1) є менш токсичною для теплокровних тварин, ніж 2,4-Д.

Запропонована сполука (1) діє на одно- і дводольні види бур'янів на відміну від 2,4-Д, який

ефективний лише проти дводольних рослин.

Задачею винаходу являється створення нового гербіцида - 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо) ефіра 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти, який мав би вищу фітотоксичність та був менш токсичний до теплокровних, ніж базова сполука 2,4-Д.

Задача винаходу досягається синтезом 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо) ефіра 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти, який є високо-ефективним гербіцидом для боротьби з одно і дводольними бур'янами і має значно більшу активність, ніж відомий гербіцид 2,4-Д.

Синтез нової сполуки загальної формули (1) здійснюється реакцією хлорангидриду 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти та натрієвих солей 4,5-диарил-1,2,4-триазолтіолів-3.

Винахід ілюструється наступними прикладами.

Приклад 1. Синтез 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо) ефіра 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти (сполука 1).

Суміш із еквімолярних кількостей хлорангидриду 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти та натрієвих солей 4,5-диарил-1,2,4-триазолтіолів-3 в розчині бензолу нагрівають при інтенсивному перемішуванні в реакторі з оберненням холодильником на протязі 20-30 хвилин. Після охолодження суміші відділяють осад хлориду натрію, залишок бензолу упарюють в вакуумі водоструйного насосу.

Залишок закристаллізовується, його відфільтровують, промивають бензолом і сушать.

Так одержано 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-

(13) A

(11) 34258

(19) UA

триазол-3-тіо) ефіра 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти (сполука 1).

Температура топл. 192 - 4°C. Розраховано S 6,76%.

$C_{23}H_{17}Cl_2N_3O_2$. Знайдено S 8%.

Білий кристалічний порошок, без запаху. Добре розчинний в диметилсульфоксиді, мало розчинний у ацетоні, воді. Сполука (1) добре зберігається при температурі 20°C. Водні розчини сполуки (1) зберігають гербіцидні властивості на протязі не менше 30 діб.

Приклад 2. Вегетаційні дослідження гербіцидної активності 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо) ефіра 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти (сполука 1).

Рослини ячміню "Одеський-100" і редьки олійної сорта "Радуга" пророщували в вегетаційних умовах на суміші ґрунту:пісок в співвідношенні 1:1. рН (KCl) 5,9 [2], вміст гумусу 1,5% [2].

Вивчали активність сполук при до- і післясходовому застосуванні.

При досходовому застосуванні потрібну кількість сполуки (1) спочатку розчиняли в диметилсульфоксиді (ДМСО), а потім доводили дистильованою водою до 50 мл (кінцева концентрація ДМСО не більше 1%). Сполуки вносили в об'ємі 50 мл розчинника на посудину.

При післясходовому застосуванні надземні частини сходів рослин віком 7 діб витримували зануреними в водні розчини сполук, що досліджуються, (кінцева концентрація ДМСО не більше 1%) на протязі 5 хвилин при 20°C.

Ступінь пригнічення рослин визначали візуально в порівнянні з контролем: 100% - контрольні рослини без застосування препаратів, 0% - повна загибель рослин в дослідях з гербіцидами. Повторність - 6-кратна. Результати дослідів статистичне оброблені за Доспеховим [3].

Як свідчать наведені в таблиці дані, запропонована сполука (1) в дозах 1 кг/га і вище пов-

ністю пригнічує ріст одно- і дводольних видів рослин. В дозі 0,1 і 0,01 кг/га сполука (1) пригнічує переважно дводольні види.

Застосований в якості розчинника ДМСО не оказував фітотоксичної дії.

Запропонована сполука (1) значно переважає по активності 2,4-Д при застосуванні по сходах.

Запропонована сполука (1) також ефективна при застосуванні до сходів на відміну від 2,4-Д, яких відомий як виключно післясходовий гербіцид.

Приклад 3. Вивчення гострої токсичності сполуки (1) (5-(4 метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо) ефіра 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти).

Токсичність сполуки (1) вивчали в гострих дослідах стандартним методом [4] на білих мишах самцях та самках вагою 18-20 г при пероральному способі введення водних розчинів. Спостереження за піддослідними тваринами проводили на протязі 24 годин. Показником токсичності величина ЛД₅₀ (доза, яка викликає загибель 50% експериментальних тварин, в мг/кг маси). Статистичну обробку проводили за методом Літчфілда і Уїлкоксона в модифікації Рота [4].

Вирахована величина ЛД₅₀ сполуки (1) перевищувала 4000 мг/кг.

Встановлено, що токсичність запропонованої сполуки (1) для тварин значно нижча, ніж прототипа 2,4-Д - 350-560 мг/кг.

Джерела інформації.

1. Мельников Н.Н., Новожилов К.В., Белан Р.С. и др. Справочник по пестицидам. – М.: Химия, 1985. – 352 с.

2. Радов А. С., Пустовой И.В., Корольков А.В. Практикум по агрономии. – М.: Агропромиздат, 1985. – 312 с.

3. Доспехов Б.А. Методика полевого опіта. – М.: Агропромиздат, 1985. – 351 с.

4. Беленький М.Л. Элементы количественной оценки фармакологического эффекта. – Л.: Медгиз, 1963. – 95 с.

Вивчення гербіцидної активності 5-(4-метилфеніл)-4-феніл-1,2,4-триазол-3-тіо) ефір 2,4-дихлорфеноксіцтової кислоти (1) і базової сполуки 2,4-Д.

Варіанти досліду	Ячміль	Редька олійна
	Фітотоксичність (% до контролю)	
Досходове застосування з заробкою у ґрунт		
Контроль	100 ^a	100 ^a
NI 10 кг/га	0 ^b	0 ^b
NI 1 кг/га	0 ^b	0 ^b
NI 0,1 кг/га	37 ^B	5 ^b
NI 0,01 кг/га	95 ^a	45 ^B
ДМСО 1%	100 ^a	101 ^a
Післясходове застосування		
Контроль	100 ^a	100 ^a
NI 10 кг/га	0 ^b	0 ^b
NI 1 кг/га	0 ^b	0 ^b
NI 0,1 кг/га	39 ^B	5 ^b
NI 0,01 кг/га	99 ^a	34 ^B
ДМСО 1%	100 ^a	101 ^a
2,4-Д 10 кг/га	81 ^Г	0 ^b
1 кг/га	100 ^a	2 ^b
0,1 кг/га	103 ^a	69 ^Г
0,01 кг/га	108 ^Д	95 ^Д

Примітки. Однаковими буквами позначені варіанти, які не відрізняються при 0,05 рівні значимості.

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60х84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
