



УКРАЇНА

(19) U A,,, 11265 (M) CI

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВО

C 07 D 401/12; A 01 N
43/54// //(C 07 D 401/12, 213:70, 213:82,
239:52)

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) 4,6-ДИМЕТОКСІПІРИМІДИН-2-ІЛ(АМІНОКАРБОНІЛ)]-3-ДИМЕТИЛАМІНОКАРБОНІЛ-2-ПІРИДИНСУЛЬФОНАМІД, ЯКИЙ МАЄ ГЕРБІЦИДНУ АКТИВНІСТЬ

1

(20)93003567,28.10.93

(21)5001676/SU

(22)28.09.91

(24)25.12.96

(31) 19863/86

(32)31.01.86

(33) JP

(62)4028928/05,29.01.87

(46)25.12.96. Бюл. № 4

(56) 1. Патент США № 4518776, кл. C 07 D 251/46, 1985,

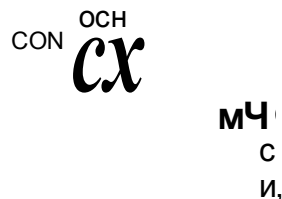
2. Патент США іsfс 4521597, кл. C 07 D 251/18, 1985.

3. EP № 0103543 A, кл. C 07 D 401/12, 1984.

(72) Фуміо Кімара (JP), Сірео Мурай (JP), Тімото Хонда (JP), Нобуюкі Сакасіта (JP) Такахіро Хара (JP)

(73) Ісіхара Сангіо Кайся ЛтдрР)

(57) Ы-[4,6-диметоксипіримідин-2-ил(аминокарбонил)]-3-диметиламинокарбонил-2-пиридинсульфонамид формулы



обладающий гербицидной активностью.

Настоящее изобретение относится к новому соединению, производному пиридинсульфонамида, обладающему гербицидной активностью, которое может быть использовано в подавлении роста нежелательных растений.

В основу изобретения поставлена задача создания нового соединения, обладающего широким гербицидным спектром действием и щадящим действием на кукурузу.

Поставленная задача достигается тем, что синтезировано производное пиридинсульфонамида формулы:

OCH.

(A)

OCH.

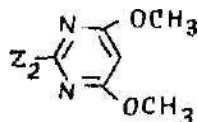
обладающее гербицидной активностью

Соединение может быть получено следующим способом:

Проводят реакцию между пиридиновым соединением, отвечающим общей формуле (I)

(I)

в которой Zi представляет собой NH2 группу, -NCO группу, -NHCOCl группу, или -NHCOOR5 группу (в которой Rs представляет собой алкильную или арильную группу) и пиримидиновым соединением, отвечающим следующей формуле.



CS

0 ел

0

и которой Z_i представляет собой группу, -NCO группу, -NHCOCl группу, или NHCOORs группу (в которых R5 имеет те же значения что указаны выше), при условии, что когда Z_i представляет собой NH2 группу, $5/2$ представляет собой -NHO, -NHCOCl или NHCOOR*i* группу, а если 2.2 представляет собой NH2 группу, то Z_i представляет собой -NCO, -NHCOCl или -NHCOORs группу. Если желательно, то проводят обработку с целью 10 получения соли.

Получение соединения А представлено в примере 1.

Пример 1.

К суспензии, полученной добавлением 15 0,229 г 2-аминсульфонил-Гл, N-диметилникотинамида и 0,275 г 2-фепоксикарбониламино-4,6- диметоксипиримидина в 5 мл безводного ацетонитрила добавляют 0,152 г 1,8-диазабицикло (5, 4, 0)-7-унденцена и пол- 20 ученную смесь составляют 1 час при комнатной температуре, После окончания реакции смесь добавляют в воду для фильтрации не- растворимого вещества. Профильтрованный раствор преобразуют с помощью 25 концентрированной хлористоводородной кислоты в слабый кислый раствор и экстрагируют метиленхлоридом. Затем раствор высушивают безводным сульфатом натрия, отгоняют растворитель, и получают 0,330 г 30 целевого соединения -ГО-[(4,6-диметоксипиримидин-2-ил (ами но карбом ил))-3-д им етиламинокарбонил-2-пиридинсульфон амида с температурой плавления 169-173°C.

Данное соединение может быть исполь- 35 зовано как само по себе, так и в композиции в качестве активного вещества, в которой могут быть использованы: в качестве носителя - каолин, мелкодисперсная двуокись кремния или их смесь, п качестве поверхно- 40 стно-активного вещества - смесь соединений, выбранных из группы, включающей фенилсульфонат натрия, поликарбоксилат натрия, алкиларилсульфонат натрия, поли- 45 оксиэтиленалкиларилэфирсульфат и про- дукт конденсации нафталинсульфоната натрия с формальдегидом, при следующем соотношении компонентов, мас. %".

активные вещества - 10-80, носитель 7- 83,7, поверхностно-активное вещество - 6,3- 50 13.

Указанную композицию получают сме- щением указанных компонентов с последу- ющим измельчением для формирования смачивающегося порошка. Для биолотиче- 55 ских испытаний были получены следующие составы:

Пример 2.	(мас.%)
Соединение А	10
каолин	70,2

продукт реакции конденсации нафта- линсульфоната натрия с формальдегидом	1,8
полиоксиэтиленалкиларилэфирсульфонат	4,5
микродисперсная двуокись кремния	13,5
Пример 3.	(мас.%)'
фенилсульфонат натрия	6
поликарбоксилат натрия	5
алкиларилсульфонат натрия	2
микропорошкообразный кремнезем	

7	
соединение А	80
Пример 4	(мас.%)
фенилсульфонат натрия	4
поликарбоксилат натрия	3
алкиларилсульфонат натрия	1
каолин	42
соединение А	50

Составы, указанные в примерах 2-4, бы- ли подвергнуты биологическим испытаниям. Результаты испытаний представлены в при- мерах 5-7 и таблицах 1-3.

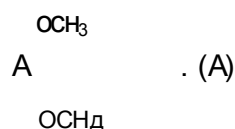
Пример 5.

Для испытания был использован состав по примеру 2.

Каждый горшок заполняют почвой и за- севают определенным количеством семян различных испытываемых растений. Когда ис- пытываемые растения достигли определен- ной стадии (т. е. стадия 2,2-листа для кукурузы, 2,0-листа для дурнишника. 0,5-ли- ста для ипомеи, 0,5-листа для горца перече- ного, 0,1-листа для грудинки колючей, растения опрыскивают водным раствором, приготовленным из композиции примера 2.

Листья растений опрыскивают с по- мощью маленького распылителя. Через 30 дней визуально определяют степень разви- тия растений. Подавление сорняков оцени- вают по 10-бальной шкале, по которой 10 означает, что растение совсем погибло, а 1 показывает тоже, что и необработанное рас- тение, как показано в таблице 1.

Испытываемое соединение А: соедине- ние по настоящему изобретению:



Известные испытываемые соединения В, С, nD,



ОСН

rel I- H



W

ОСН

Результаты испытаний приведены в таблице

1.

Пример 6.

Испытание состава примера 3.

Кукурузу (сортов Golden cross vantum (1) Royal Dent 105T(2), росичку кровяную, щетинник зеленый, овсюг, паслен черный и горец перечный высевали в горшки площадью по 1/10000 ара (а) каждый и выращивали в 30 оранжерее. После того, как подопытные растения достигли соответственно заданных ростовых стадий, то есть, стадии 4-го листа для Golden cross vantum, стадии 4,3 листа для Royal Dent 105T, 3,3 листа для росички 35 кровяной, 3,3 листа для щетинника зеленого 2,3 листа для овсюга, стадии 2-го листа для паслена черного и стадии 3-го листа для горца перечного, их опрыскивали водным раствором, приготовленным из состава при- 40 мера 3. Спустя 27 дней после опрыскивания визуальным путем определяли степень роста обработанных растений. Степень эффективности борьбы с сорняками оценивали по 10-бальной шкале, где величиной 10 обозна- 45 чали полностью уничтоженное растение, а величиной 1 обозначали растения, которые выглядели аналогично контрольным, необработанным, как это указано в таблице 3.

Пример 7.

Испытания состава примера 4.

Кукурузу (сортов Colden cross vantum и Royal Dent 105T) и росичку кровяную высевали в горшке площадью по 1/10000 ара (а) каждый и выращивали в оранжерее. 55

После этого, когда подопытные растения достигли соответственно заданных ростовых стадий (то есть стадии 3,5 листа для Golden cross vantum, стадии 4-го листа для

Royal Dem 105T и стадии 2 5 листа для росички кровяной), их опрыскивали водным раствором, приготовленным из состава примера 4.

Спустя 27 дней после опрыскивания визуальным путем определяли степень роста обработанных растений. Эффективность борьбы с сорняками оценивали по 10-бальной шкале, где величиной 10 обозначали полностью уничтоженное растение, а величина 1 служила для обозначения растений, которые выглядели аналогично контрольным, необработанным, как это указано в таблице 2.

10

15

Как видно из результатов испытания, представленных в таблицах, композиции с соединением А полностью подавляют рост у куриного проса, которое является сорняком, и абсолютно не оказывают никакого воздействия на кукурузу. Кроме того, в достаточной степени подавляется рост широколиственных сорняков, таких как дурнишник, ипомея, грудинка колючая, горец перечный и амарант. С другой стороны, известные композиции ухудшают рост кукурузы. Следовательно, известные композиции нецелесообразно использовать для обработки кукурузных полей.

20

25

В примерах 8 и 9 и таблицах 4 и 5 представлены сравнительные данные по гербицидной активности нового соединения А и известных структурных аналогов, выраженные в %.

Пример 8.

Сравнительное испытание 1:

Каждый горшок заполняли горной почвой и определенным количеством зерен кукурузы (разновидности: Royal Dent, Zea Mays)

Типичные травянистые сорняки, т. е. трава Джонсона (*Sorghum halepense*), зеленый лисохвост (*Setaria viridis*) и дикий овес (*Avena fatua*), высевали отдельно.

Водную дисперсию получали растворением определенного количества каждого испытываемого соединения в 500 л/га воды, и к ней добавлялось 0,2% сельскохозяйственного распылителя.

Когда испытываемые растения, соответственно, достигали определенных стадий роста (т. е., 3,3-лиственной стадии для кукурузы, 4,0-лиственной стадии для травы Джонсона, 2,6-лиственной стадии для зеленого лисохвоста и 1,6-лиственной стадии для дикого овса) водную дисперсию наносили на листья растений.

Через двадцать один день после нанесения, чистый вес растений измеряли от урожая грунта.

Степень повреждения кукурузы (%)
и степень подавления сорняков в (%)

определяли с помощью следующих уравнений:

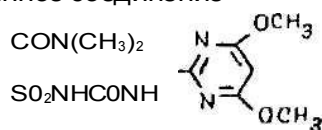
$$\text{Степень повреждения кукурузы (\%)} = 100 - \frac{\text{Чистый вес обработанной кукурузы}}{\text{Чистый вес необработанной кукурузы}} \times 100$$

$$\text{Степень подавления сорняков (\%)} = 100 - \frac{\text{Чистый вес обработанных сорняков}}{\text{Чистый вес необработанных сорняков}} \times 100$$

Пример 9.

Сравнительное испытание 2: Каждый горшок заполняли горной почвой и высевали определенные количества семян различных испытываемых растений. 5 Когда испытываемые растения, соответственно, достигали определенных стадий роста (т. е. 3,8-лиственной стадии для кукурузы (*Zea mays*), 3,0-лиственной стадии для зеленого лисохвоста (*Setaria viridis*) и 2,8-лиственной стадии для куриного проса (ежовник) (*Echinochloa crus-galli*), водную дисперсию готовили растворением смачиваемого порошка, содержащего определенное количество каждого из испытываемых соединений, Л 5 в 500 л/га воды, и 0,2% сельскохозяйственного распылителя добавлялось к водному раствору. Полученный раствор наносили на листья растений разбрызгивателем мзлогч? размера. Через двадцать дней после нанесения визуальную наблюдали степень подавления растения в %.

Испытываемые соединения: Соединение А: заявленное соединение



Соединения В-Ј: Соединения конкретно описанные в ссылках (1, 2, 3).

Результаты испытаний.

Результаты испытаний растений 1 показаны в таблице 4, приведенной ниже.

Заявленное соединение (соединение А) показывает наилучший гербицидный эффект, когда наносится на кукурузное поле, что важно для урожая, где нежелательные растения почти полностью подавляются, в то время как кукуруза может расти без ущерба.

С другой стороны, соединения из уровня техники (соединения В, С и D) проявляют значительно меньшую активность против нежелательных растений, в то время как полностью подавляют рост кукурузы.

Результаты испытания растений 2 показаны в таблице 5, приведенной ниже.

Заявленное соединение (соединение А) показывает наилучший гербицидный эффект, когда наносится на кукурузное поле, что важно для урожая, где нежелательные растения почти полностью подавляются, в то время как кукуруза может расти без ущерба.

С другой стороны, соединения из уровня техники (соединения Е, F, G, H, I и J) не проявляют такой значительной селективности.

Таблица 1

Испытуемое соединение в композиции	Доза активного ингредиента, г/га	Подавление сорняков						
		кукуруза	оризник	ипомея	грудинка колючая	горец пещный	ширица	куриное просо
А	500	2	10	9	8	10	10	10
	125	1	10	8	7	10	10	10*

Продолжение табл. 1

Испытуемое соединение в композиции	Доза активного ингредиента, г/га	Подавление сорняков						
		кукуруза	дурнишник	ипомея	грудинка колючая	горец перечный	ширица	куриное просо
В	500	4	10	8	6	7	10	6
	125	4	10	8	6	7	10	6
С	500	6	10	7	6	10	10	9
	125	5	10	7	5	10	9	6
D	500	10	10	7	10	10	10	10
	125	10	10	6	10	10	10	10

Таблица 2

Испытуемое соединение в композиции	Доза активного ингредиента г/га	Эффективность борьбы с сорняками		
		кукуруза О)	кукуруза (2)	росичка кровяная
A	500	2	1	10
	250	1	1	10
	120	1	1	8
	62.5	1	1	6
С	500	8	9	8
	250	5	5	6
	125	3	4	4
	62,5	3	2	3
О	15,63	10	10	10
	7,81	10	10	В

Таблица 3

Испытуемое соединение в композиции	Доза активного ингредиента, г/га	Эффективность борьбы с сорняками						
		кукуруза	кукуруза	росичка кровяная	щети- ник зеле- ный	овсюг	паслен черный	горец переч- ный
A	500	2	2	10	10	10	10	10
	250	1	1	9	10	10	10	10
	125	1	1	8	10	Ю	9	10
	62,5	1	1	6	10	10	8	9
	31.25	1	1	5	10	10	6	8

Продолжение табл. 3

Испытуе- мое соедине- ние в компо- зиции	Доза ак- тивного ингреди- ента, г/га	Эффективность борьбы с сорняками						
		кукуруза	кукуруза	росичка кровавая	щети- ник зеле- ный	овсюг	паслен черный	горец переч- ный
В	500	2	3	2	7	2	5	10
	250	2	3	1	6	2	4	10
	125	1	2	1	5	2	3	8
	62,5	1	1	1	4	1	2	6
	31,25	1	1	1	2	1	2	5
С	500	7	9	7	10	10	10	10
	250	6	6	6	10	8	7	8
	125	4	4	6	8	8	6	6
	62,5	3	2	5	8	8	5	5
	31,25	2	1	4	8	7	4	4
D	500	10	10	10	10	10	10	10
	250	10	10	10	10	10	10	10
	125	10	10	10	10	10	10	9
	62,5	10	10	10	10	10	10	9
	31,25	10	10	10	10	9	9	8

Таблица 4

1 Испытывае- мое соедине- ние	Количество акт.ингр. соединения (г/га)	Повреждения кукурузы (%)	Подавление сорняков (%)		
			трава Джонсона	зеленый лисохвост	дикий овес
A	200	1	99	96	>99
	100	A	98	95	98
	50	0	96	95	97
B	200	100	65	86	87
	100	100	46	46	71
	50	100	22	41	1
C	200	100	61	76	88
	100	100	75	82	85
	50	93	55	62	83
D	200	100	54	93	50
	100	100	49	87	40
	50	100	44	85	26

Т а б л и ц а 5

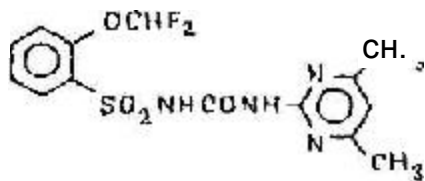
Испытыва- емое сое- динение	Количес- тво акт. изменения (г/га) (G AI/HA)	Степень подавление роста (%)					
		—					
		Кукуруза		Ам. трава (куриное просо)		Зел. лисохвост	
		парт. 1	парт.2	парт.1	парт.2	парт.1	парт.2
А	500	5	5	100	100	100	100
	200	0	0	100	100	100	100
	100	0	0	100	100	100	100
	40	0	0	100	100	100	100
	20	0	0	100	100	100	100
	10	0	0	90	90	100	95
Е	500	70	70	90	95	65	70
	200	60	60	70	70	50	50
	100	30	30	50	50	30	30
	40	10	10	15	15	15	20
	20	0	0	0	10	5	5
	10	0	0	0	0	0	0
F	500	100	100	100	100	100	100
	200	100	100	100	100	100	100
	100	100	100	100	100	100	100
	40	100	100	100	100	100	100
	20	100	100	100	100	100	95
	10	100	100	100	100	60	70
G	500	15	10	0	0	0	0
	200	0	0	0	0	0	0
	100	0	0	0	0	0	0
	40	0	0	0	0	0	0
	20	0	0	0	0	0	0
	10	0	0	0	0	0	0
H	500	100	100	5	5	100	90
	200	100	100	0	0	85	80
	100	100	100	0	0	60	60
	40	100	100	0	0	40	40
	20	90	80	0	0	10	10
	10	70	70	0	0	0	0

Продолжение табл.5

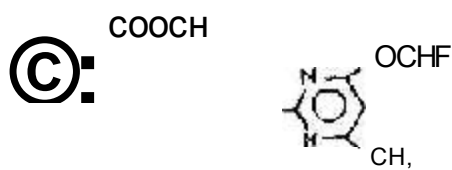
Испытываемое соединение	Количество в акт. интр, соединении (г/га) (G АГ/НА)	Степень подавление роста (%)					
		Кукуруза		Ам трава (куриное просо)		Зел.лисохвост	
		парт.1	парт.2	парт.1	парт.2	парт.1	парт.2
1	500	100	80	50	40	90	95
	200	80	90	30	40	70	70
	100	80	80	30	30	70	60
	40	60	70	30	30	50	50
	20	40	40	10	10	40	40
	10	5	5	10	10	10	10
	500	100	100	100	100	100	100
	200	100	100	100	100	100	100
	100	100	100	100	100	100	100
	40	100	100	100	100	100	100
	20	100	100	100	100	100	100
	10	100	100	100	100	100	100
J	500	100	100	100	100	100	100
	200	100	100	100	100	100	100
	100	100	100	100	100	100	100
	40	100	100	100	100	100	100
	20	100	100	100	100	100	100
	10	100	100	100	100	100	100

Структурные формулы соединений-аналогов, испытываемых на гербицидную активность

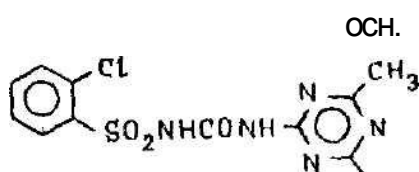
B)



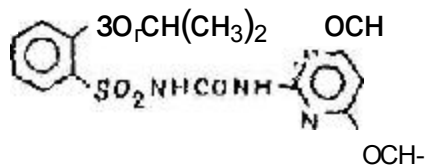
C)



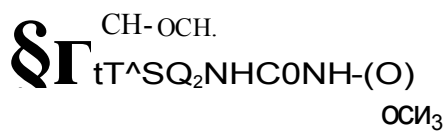
D)

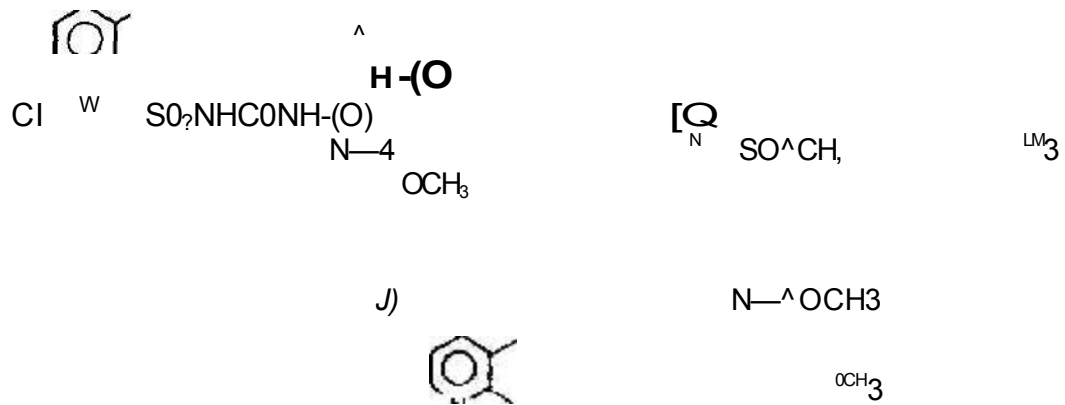


E)



G)





Упорядник _____ Техред М.Моргентал _____ Коректор Л Лукач

Замовлення 4056

Тираж _____
Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Підписне

