



УКРАЇНА.

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВО

26912

(19) V-

(51)  $\text{C } 07 \text{ D } 213/80, \text{ C } 07 \text{ D } 401/12; \text{ A } 01 \text{ N } 47/36$

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ГЕРБИЦИДНИЙ ПІРИДИНСУЛЬФОНАМІД, ПРОМІЖНА СПОЛУКА ДЛЯ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ, АГРОХІМІЧНА КОМПОЗИЦІЯ

1

2

(21) 93003899

(22) 05.03.92

(24) 29.12.99

(31) 666109

(32) 07.03.91

(33) US

(85) 27.12.93

(86) /US92/01528 (05.03.92)

(46) 29.12.99. Бюл. № 8

(56) 1. EP, A, 0327251, 1989.

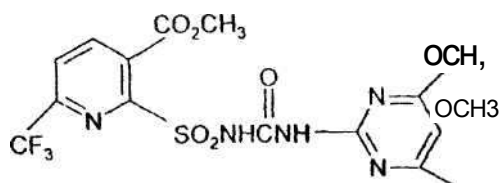
2. EP, A, 0232067, 1987.

3. WO, A, 8804297, 1988.

(72) Андрея Тарік Артур (US), Ліанг Пол Хсаіао-Тценг (US)

(73) ЕІ. ДЮ ПОН ДЕ НЕМУР ЕНД КОМПАНІ (US)

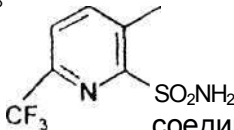
(57) 1. Гербицидный пиридинсульфонамид формулы I



(O

и его приемлемые с агрономической точки зрения соли, гидраты и комплексы с низшими спиртами для подавления роста нежелательной растительности, в том числе в посевах зерновых и подавления роста лисохвоста.

2. Сульфонамид формулы II

как  промежуточное соединение для получения гербицидного пиридинсульфонамида.

3. Агрохимическая композиция, содержащая активный ингредиент, поверхностно-активный агент, твердый или жидкий разбавитель, отличающаяся тем, что в качестве активного ингредиента содержит эффективное количество гербицидного пиридинсульфонамида.

Изобретение относится к гербицидному соединению сульфонамида или сульфониломочевины, эффективной агрохимической композиции, содержащей это соединение, и способу ее применения в качестве общего или селективного гербицида, используемого как до появления, так и после появления всходов.

Ощущается постоянная необходимость в новых соединениях, эффективных для

подавления роста нежелательной растительности. В самой общей ситуации такие соединения предназначены для селективного уничтожения роста сорняков в посевах сельскохозяйственных культур, таких как хлопок, рис, кукуруза, пшеница и соевые бобы, если назвать только несколько. Неконтролируемый рост сорняков в таких сельскохозяйственных культурах может привести к значительным потерям,

С  
V

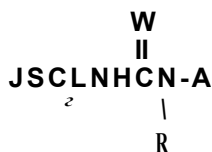
Os

O

что снижает доходы фермеров и увеличивает расходы потребителей. В других ситуациях желательны гербициды, которые подавляют рост всех растений. Примерами участков земли, где желательно полное уничтожение всей растительности, являются участки вдоль железнодорожных путей, резервуаров для хранения и складов промышленных материалов. Имеется большое число продуктов для этих целей, но продолжают исследования по получению продуктов, которые были бы более эффективными, менее дорогостоящими и более безопасными с точки зрения окружающей среды.

Гербициды "сульфонилмочевины" являются в высшей степени мощным классом гербицидов, которые были открыты в течение последних нескольких лет и которые, в общем случае, состоят из мостика сульфонилмочевины, -  $\text{SO}_2\text{NHCONH}$ -, связывающего два ароматических или, гетероароматических кольца.

Ц WO 88/04297 предложены гербицидные пиридинсульфонилмочевины формулы



в которой J является среди других,

R.



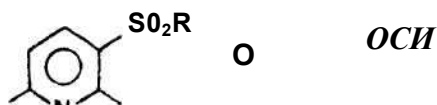
R, является  $\text{R}_f$  или  $\text{R}_g$ ;

$\text{R}_g$  является среди других,  $\text{C}_1$ - $\text{C}_3$  га-лоалкилом;

$\text{R}_2$  Является среди других,  $\text{CO}_2\text{R}_g$ .

Хотя соединение, являющееся предметом настоящего изобретения, описывается приведенными выше формулами, оно ранее не предлагалось.

В EP-A-327251 предложены пиридин-сульфонилмочевины формулы:



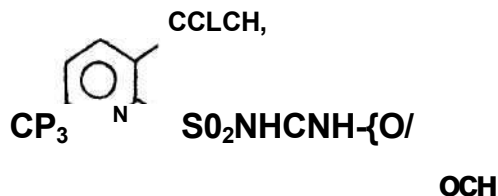
ОСН.

8 которой R является  $\text{C}_1$ - $\text{C}_3$  ал килом;

R, является  $\text{C}_1$ - $\text{C}_2$  фторалкилом,

и их использование с целью уничтожения лисохвоста.

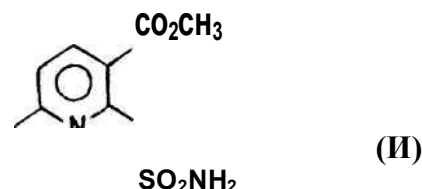
Изобретение направлено на соедине-ние формулы I



и его приемлемые с агрохимической точки зрения соли, гидраты и, комплексы с низшими спиртами.

Соединения изобретения является вы-сокоактивным в качестве гербицида как до появления всходов, так и после появ-ления всходов при уничтожении лисох-воста. Оно особенно эффективно для уничтожения лисохвоста в посевах зер-новых культур.

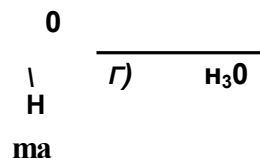
Изобретение относится также к ново-му соединению формулы II, которое ис-пользуют в качестве промежуточного сое-динения при получении соединения фор-мулы I

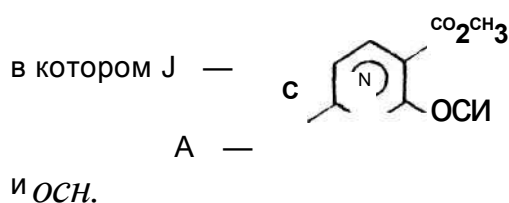


Синтез.

Соединение формулы I может быть синтезировано при помощи одной или не-скольких общих процедур, описанных в Па-тенте США № 4774337, или при помощи реакций, приведенных в Уравнениях 1a и 1b. Реакцию сульфонида II с фенило-вым сложным эфиром соответствующей карбаминовой кислоты Ша в присутст-вии различных оснований, таких как тре-тичное аминное основание, 1,8-диаза-бицикло[5.4.0]ундец-7-ен (ДБУ), напри-мер, осуществляют как показано в урав-нении 1a.

Уравнение 1a



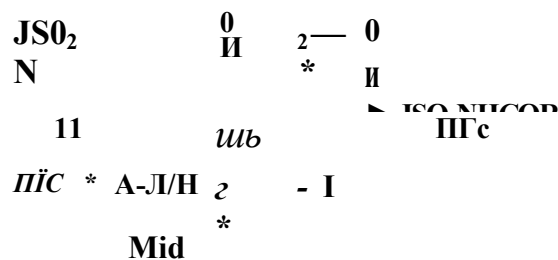


Реакцию, приведенную в Уравнении 1а, наилучшим образом осуществляют при температуре 25°C в растворителе, таком, как (но ими не ограничивается полный список) диоксан, тетрагидрофуран, диметилформамид, диметилацетамид или ацетонитрил в течение 0,5 - 24 часов в инертной атмосфере, как это описано в Европейской Патентной Заявке № 70804. В предпочтительном варианте добавляют основание. Особенно эффективны следующие основания: 1,5-диазабицикло[4.3.0]нон-5-ен (ДБН), 1,5-диазабицикло[5.4.0]ундец-5-ен (ДБУ) или триэтиламин. Целевой продукт формулы I можно эффективным образом выделить подкислением реакционного раствора водным раствором хлористоводородной кислоты. В качестве альтернативы водный слой можно экстрагировать растворителем, таким как метиленхлорид или этил ацетат. В результате сушки и выпаривания растворителя получают целевой продукт. Фенил карбамат можно синтезировать в результате обработки соответствующего гетероциклического амина формулы A-NH<sub>2</sub> с использованием дифенил карбоната или фенил хлорформиата в присутствии основания, такого как гидрид натрия, пиридин или карбонат калия в присутствии каталитического количества катализатора, такого как 4-диметиламинопиридин. Эту смесь перемешивали при температурах от 25°C до 65°C в соответствующем растворителе, таком как тетрагидрофуран в течение 12-36 часов.

Соединение формулы I может быть также синтезировано в результате реакции соответствующих арилсульфонилкарбаматов формулы Шс с гетероциклическим амином Hid, как показано в Уравнении 1б. Эту реакцию можно осуществить в присутствии различных оснований, как это указано в Уравнении 1а, или просто при помощи дефлегмирования в соответст-

вующем растворителе, кипящем при высокой температуре, таком как диоксан. Арилсульфонилкарбаматы могут быть синтезированы в результате реакции сульфо-амида II с фенил или алкил карбонатами IИb (или соответствующими хлорформиатами) в присутствии самых различных оснований.

Уравнение 1б



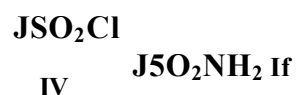
в котором Я<sub>2</sub> является фенилом или C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> алкилом;

J и A уже были определены ранее.

Необходимый сульфенамид формулы II может быть синтезирован одним из методов, которые представлены ниже Уравнениями 2 и 3.

Уравнение 2 описывает реакцию сульфонил хлорида формулы IV с аммиаком, в результате чего получают сульфенамид формулы II.

Уравнение 2



в котором J уже был определен ранее. Амминирование из Уравнения 2 в общем случае осуществляют при помощи добавления по крайней мере двух мольных эквивалентов либо безводного аммиака, либо концентрированного гидрата окиси аммония в раствор сульфонил хлорида IV в соответствующем растворителе, таком как простой диэтиловый эфир, тетрагидрофуран или метилен хлорид при температурах от -30°C до 25°C. Целевой сульфенамид формулы II выделяют либо фильтрацией, тогда побочный продукт - хлорид аммония удаляют промыванием в воде, либо экстрагированием в соответствующем органическом растворителе, таком как метилен хлорид или этил ацетат. В результате сушки и выпаривания растворителя затем получают продукт II, который в общем случае является по существу

ву чистым, чтобы его можно было использовать на следующей стадии.

Сульфонамид формулы II может быть также получен, как это представлено в Уравнении 3, а именно, при помощи обработки соответствующего N-третичн.-бутилсульфонамида VI соответствующей кислотой, такой как трифторуксусная (ТФК), полифосфорная (ПФК) или пара-толуол(моно)сульфо-кислота (п-ТСК).

Уравнение 3

или п-  
\*  
н

II

$\text{JSO}_2\text{NH-t-Bu VI}$

в котором J уже был определен ранее.

Реакцию Уравнения 3 в общем случае осуществляют при помощи перемешивания раствора соединения формулы VI в избытке трифторуксусной кислоты (приблизительно 0,3M) при температуре примерно 25°C в течение 1-72 часов. Целевой сульфонамид формулы II затем выделяют при помощи удаления летучих материалов под вакуумом и кристаллизации из соответствующего растворителя, такого как простой диэтиловый эфир, 1-хл.орбутан или этил ацетат. В качестве альтернативы, N-третичн.-бутилсульфонамид формулы VI может быть обработан каталитическим количеством моногидрата паратолуол(моно)сульфо-кислоты в растворителе, таком как толуол или ксилолы при температуре дефлегмирования в течение 1-6 часов. Целевой продукт затем выделяют при помощи процедуры, аналогичной той, что была описана выше.\*По поводу использования полифосфорной кислоты при снятии защиты N-третичн.-бутилсульфонамидов, см. J. G. Lombardino, J. Org. Chem., 1971, т. 36, стр. 1843-1845; по поводу использования трифторуксусной кислоты, см. J. D. Catt и W. L. Matier, J. Org. Chem., 1974, т. 39, стр. 566-568.

Сульфонамид формулы VI можно получить в результате взаимодействия сульфонила хлорида формулы IV с избытком третичн.-бутил амина, как показано в Уравнении 4.

Уравнение 4

$\text{JSO}_2\text{NH-t-Bu VI}$

VI

IV

в котором J уже был определен ранее.

Сульфонила хлорид формулы IV может быть получен в соответствии с процедурами, описанными в Патенте США № 4456469. В качестве альтернативы могут быть использованы приемы из Патента США № 47,41764, где описано превращение меркапто или арилметилтио соединений в сульфонила хлориды через обработку раствором хлоргидрата.

Сульфиды формулы V могут быть получены в результате реакции галопиридинового соединения формулы VII с соответствующим меркаптаном в присутствии основания, как это описано в Патенте США № 4456469 и указано в Уравнении 5.

Уравнение 5

$\text{J-X}^1$   $\text{R'SH J-SR'}$   
основание

VII

в котором X' является F, Cl или Br; а

R' является C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> алкилом или бензилом.

Процедура, при помощи которой получают сульфонамид формулы VIII, описана в Уравнении 6. Промежуточное соединение VIIIa, трифторметил кетон, получают в соответствии с процедурами, описанными Lang и др., Helv. Chim. Acta, 1988, т. 71, стр. 596-601. В модификации этой процедуры соединение VIIIa затем обрабатывают этил малонатом моноамида (или этил карбамоилацетатом) в присутствии метилата натрия, чтобы получить метиловый сложный эфир трифторметил пиридинона VIIIb. Нагревание VIIIb с фосфорным оксидом или оксалил бромидом/диметилформамидом (ДМФ) в метилен хлориде дает бром пиридин VIIIc. Превращение в бензил сульфид VIHd и сульфонамид VIIIe осуществляют, как это было описано ранее. Уравнение 6

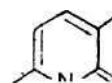
o o

$+\text{CF}_3\text{COCCF}_3\text{-nBuO}$

vma

vm

БЦН



$\text{NaOCH}_3$

$\text{CO}_2\text{CH}_3$

и  
vnib

10

15

20

25

30

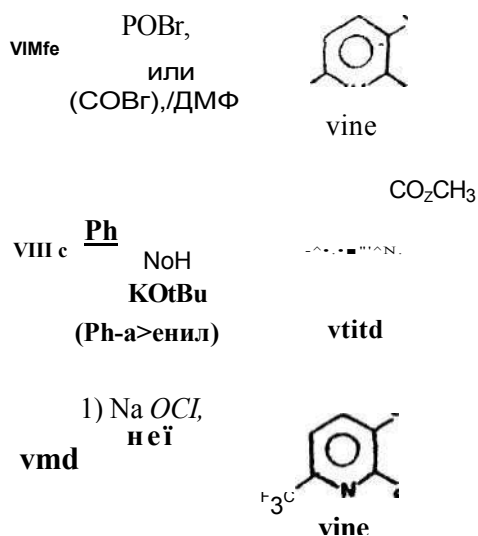
35

40

45

50

55



Приемлемые с агрохимической точки зрения соли соединения формулы I можно также использовать в качестве гербицидов и они могут быть получены при помощи нескольких приемов, известных в этой области техники. Например, соли металлов могут быть получены при контактировании соединения формулы I с раствором соли щелочного или щелочноземельного металла, имеющей достаточно основной анион (например, гидроокись, алкоголят, карбонат или гидроокись). Четвертичные аминовые соли могут быть получены при помощи тех же приемов.

Соли соединения формулы I могут быть также получены при помощи замены одного катиона другим. Например, катионную замену можно осуществить при помощи непосредственного контакта раствора соли соединения формулы I (например, соли щелочного металла или четвертичного амина) с раствором, содержащим катион, подлежащий замене. Такой прием является наиболее эффективным, когда целевая соль, содержащая замененный катион, нерастворима в этом растворе и может быть отделена фильтрацией.

Эту замену можно также осуществить, из пропуская водный раствор соли соединения формулы I (например, соли щелочно-металла или четвертичного амина) через колонну, упакованную катионообменной смолой, содержащей катион, подлежащий замене, в исходной соли и целевой продукт элюируют из колонны. Этот способ особенно эффективен, когда целевая соль растворима в воде, например, соль калия, натрия или кальция.

Присоединенные соли кислоты, из раствора бикарбоната натрия, промывали в соответствии с настоящим изобретением, могут быть получены при помощи взаимодействия соединения формулы I с соответствующей кислотой, например, пара-толуол(моно)-сульфокислотой, трихлоруксусной кислотой и т.п.

Получение соединений, являющихся предметом настоящего изобретения, ниже иллюстрируется при помощи примеров. Температуры указаны в градусах Цельсия; сокращениями для ядерного магнитного резонанса (ЯМР) являются: s - синглет; d - дублет; t - триплет; m - мультиплет, а позиции пиков указаны в виде частей на миллион в пересчете на внутренний шаблон, тетраметилсилан.

5. Получение соединений, являющихся предметом настоящего изобретения, ниже иллюстрируется при помощи примеров. Температуры указаны в градусах Цельсия; сокращениями для ядерного магнитного резонанса (ЯМР) являются: s - синглет; d - дублет; t - триплет; m - мультиплет, а позиции пиков указаны в виде частей на миллион в пересчете на внутренний шаблон, тетраметилсилан.

10. Позиции пика инфракрасного спектра (ИК) указаны в "обратных сантиметрах" (см<sup>-1</sup>).

**Пример 1.** Получение метил 1,2-дигидро-2-оксо-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (VIIIb).

В перемешиваемый раствор 2,0 г (0,0102 моля) 4-бутоксид-1,1,1-трифтор-3-буген-2-она (Villa) и 1,3 г (0,0102 моля) этил малоната моноамида в 10 мл метилового спирта добавляли 2,2 мл (0,0102 моля) 25% раствора метилата натрия в метаноле. Раствор превращался в густую желтую суспензию, которую дефлегмировали в течение ночи. Эту суспензию охлаждали до комнатной температуры, сливали в воду, подкисляли 1N раствором хлористоводородной кислоты и экстрагировали метилен хлоридом. Соединенные органические слои промывали соляным 35 раствором, сушили над сульфатом магния и выпаривали, в результате чего получали 1,7 г (74%) желтого твердого вещества. Температура точки плавления 63-64°C; <sup>1</sup>H-ЯМР (CDCl<sub>3</sub>) 5,4,0 (3H, s), 7,33 (1H, d, J = 8 Гц), 8,4 (1H, d, J = 8 Гц); ИК (минеральное масло) 3080, 1675 (широкий), 1605, 1450, 1375 см<sup>-1</sup>.

**Пример 2а.** Получение метил 2-бром-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (VIIIc).

Суспензию 22,0 г (0,100 моля) продукта Примера 1 и 28,7 г (0,100 моля) оксидобромида фосфора нагревали до температуры 75-120°C на 45 минут, используя масляную ванну в качестве источника тепла. Реакцию также соединяли с водным скруббером, чтобы улавливать газообразные побочные продукты. Эту смесь затем охлаждали до комнатной температуры, разбавляли водой и экстрагировали метилен хлоридом. Соединенные органические слои промывали насыщенным раствором бикарбоната натрия, промывали в соответствии с настоящим изобретением, могут быть получены при помощи взаимодействия соединения формулы I с соответствующей кислотой, например, пара-толуол(моно)-сульфокислотой, трихлоруксусной кислотой и т.п.

которое затем очищали с использованием оперативной хроматографии, используя 20% этил ацетат/петролейный эфир в качестве элюента, чтобы получить 3,8 г (13,3%) масла. <sup>1</sup>H-ЯМР (CDCl<sub>3</sub>) δ 4,0 (3H, s), 7,72 (1H, d, J = 8 Гц), 8,2 (1H, d, J = 8 Гц); ИК (чистый) 1740, 1590, 1455, 1335, 1275, 1140, 1100, 1050 см<sup>-1</sup>.

**Пример 2 Б.** Получение метил 2-бром-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (VIIIc).

В перемешиваемый раствор 2,0 г (0,0091 моля) продукта из Примера 1 в 25 мл метилен хлорида в атмосфере азота добавляли 0,92 мл (0,0118 моля) диметилформамида, а затем 1,57 мл (0,011 моля) оксалил бромида, что приводило к подъему температуры до 35°C и выделению газа до тех пор, пока не было завершено добавление всего оксалил бромида. Реакцию охлаждали до комнатной температуры и добавляли оставшийся оксалил бромид. Раствор перемешивали в течение 1 часа при комнатной температуре, в течение которого суспензия становилась оранжево-желтой. Реакцию дефлегмировали 3 часа, охлаждали до комнатной температуры и перемешивали в течение ночи. Добавляли еще 0,79 мл (0,0055 моля) оксалил бромида и 0,46 мл (0,006 моля) диметилформамида, и дефлегмировали 6 часов, а затем дефлегмировали еще в течение ночи. Добавляли еще 0,79 мл (0,0055 моля) оксалил бромида и дефлегмировали в течение 5 часов. Реакцию сливали в приблизительно 50 мл воды, а затем в эту смесь добавляли примерно 150 мл простого эфира. Органический слой отделяли, промывали соляным раствором, сушили над сульфатом магния и выпаривали до масла, которое затем подвергали очистке на оперативной хроматографии, используя 20% этил ацетата/гексанов в качестве элюента, чтобы получить 1,53 г (~ 55%) масла, ЯМР-спектр которого аналогичен спектру из Примера 2а, за тем исключением, что приблизительно 10% диметиллоксалата содержалось в качестве примесей.

**Пример 3а.** Получение метил 2-[(фенилметил)тио]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (VIIIb).

В перемешиваемую суспензию 0,28 г (0,008 моля) 60% раствора гидрида натрия (в минеральном масле, промытого затем гексанами) в 7 мл сухого диметилформамида в атмосфере азота при температуре 0°C добавляли 0,8 мл (0,0067 моля) бензил меркаптана, при этом температуру поддерживали на уровне ниже

10°C. Суспензию нагревали до комнатной температуры и перемешивали еще в течение 45 минут перед охлаждением до 0°C. По каплям добавляли раствор 2,0 г

5 (0,0067 моля) продукта из Примера 2а или 2б в 5 мл сухого диметилформамида и перемешивали 30 минут при 0°C. Реакцию сливали в ледяную воду и экстрагировали простым эфиром. Соединенные органические слои промывали соляным раствором, сушили над сульфатом магния и, выпаривали, чтобы получить 2,3 г (100%).

<sup>1</sup>H-ЯМР (CDCl<sub>3</sub>) δ 3,94 (3H, s), 4,43 (2H, s), 7,2-7,6 (6H, т), 8,38 (1H, d, J = 8 Гц).

15 **Пример 3Д.** Получение метил 2-[(фенилметил)тио]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (VIIId).

В перемешиваемую суспензию 6,55 г (0,0584 моля) третичн.-бутилата калия в 20 60 мл сухого диметилформамида в атмосфере азота при 0°C добавляли 6,84 мл (0,0584 моля) бензил меркаптана в 20 мл диметилформамида, поддерживая при этом температуру ниже 15°C. По каплям

25 добавляли раствор 15,83 г (0,053 моля) продукта из Примера 2а или 2б в 20 мл сухого диметилформамида, поддерживая температуру 0°C, а затем перемешивали еще в течение 30 минут при 0°C. Реакцию

30 сливали в ледяную воду и экстрагировали простым эфиром. Соединенные органические слои промывали водой, соляным раствором, сушили над сульфатом магния и выпаривали, чтобы получить 17,84 г (100%). <sup>1</sup>H-ЯМР аналогичен Примеру 3. ИК (чистый) 1725, 1675, 1575, 1135, 850 см<sup>-1</sup>.

**Пример 4.** Получение, метил 2-[[[1,1-диметилэтил)амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (VIIIe).

В перемешиваемую смесь 2,3 г (0,007 моля) продукта из Примера 3а или 3б в 75 мл метилен хлорида и 35 мл воды, охлажденной до 0°C, добавляли 2,1 мл (0,025 моля) концентрированной хлористоводородной кислоты, затем по каплям добавляли 36 мл (0,0245 моля) 5% раствора гипохлорида натрия так, чтобы поддерживать температуру ниже 10°C. После того, как смесь перемешивали еще в течение 15 минут при 0°C, реакцию сливали в воду и экстрагировали метилен хлоридом. Соединенные органические слои промывали соляным раствором, сушили над сульфатом магния и фильтровали. Фильтрат перемешивали и охлаждали до -70°C в атмосфере азота и по каплям добавляли 2,6 г (0,035 моля) третичн.-бутил амина. Смесь нагревали до -30°C, сливали в

воду и экстрагировали метилен хлоридом. Комбинированные органические слои промывали соляным раствором, сушили над сульфатом магния и выпаривали. После очистки при помощи оперативной хроматографии, используя 20% этил ацетат/петролейный эфир в качестве элюента, получали 1,07 г (45%) твердого вещества. Температура точки плавления 76-83°C; \*Н-ЯМР (CDCl<sub>3</sub>) 5 1,25 (9H, s), 4,0 (3H, s), 5,35 (NH), 7,9 (1H, 10 τ), 8,2 (1H, τ); ИК (минеральное масло) 3320, 1745, 1335, 1140 см<sup>-1</sup>.

**Пример 5.** Получение метил 2-{аминосульфонил}-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (II).

Раствор 0,95 г (2,79 ммоль) продукта из Примера 4 перемешивали в 40 мл трифторуксусной кислоты при комнатной температуре в течение ночи. Раствор выпаривали до масла, которое растирали с простым 20 эфиром, чтобы получить 0,46 г (58%) твердого вещества. Температура точки плавления 187-188°C. <sup>1</sup>Н-ЯМР (CDCl<sub>3</sub>) 5 4,05 (3H, s), 5,5 (NH<sub>2</sub>), 7,95 (1H, d, J = 8 Гц), 8,35 (1H, d, J = 8 Гц); ИК (минеральное масло) 3390, 25 3280, 1725, 1340, 1140 см<sup>-1</sup>.

**Пример 6.** Получение метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]-амино]сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (I).

В перемешиваемый раствор 0,05 г (0,176 ммоль) продукта из Примера 5 и 0,06 г (0,211 ммоль) фенол (4,6-диметокси-пиримидин-2-ил)карбамата в 0,5 мл ацетонитрила по каплям добавляли 0,028 г 35 (0,185 ммоль) 1,8-дизабицикло[5.4.0]ун-дец-7-ена и все это перемешивали 15 минут. Раствор разбавляли водой, подкисляли 1N раствором хлористоводородной кислоты и экстрагировали метилен 40 хлоридом. Соединенные органические слои промывали соляным раствором, сушили над сульфатом магния и выпаривали до масла, которое растирали с простым эфиром, чтобы получить 0,03 г (54%) 45 твердого вещества. Температура точки плавления 130-137°C. <sup>1</sup>Н-ЯМР (CDCl<sub>3</sub>) 8 3,96 (6H, s), 4,05 (3H, s), 5,82 (1H, s), 7,3 (NH), 7,93 (1H, d, J = приблизительно 8 Гц), 8,4 (1H, d, J = приблизительно 8 Гц), 50 13,1 (NH); ИК (минеральное масло) 3180, 1745, 1715, 1370, 1140 см<sup>-1</sup>.

**Пример 7.** Получение натриевой соли метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбоксил]амино]сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (I).

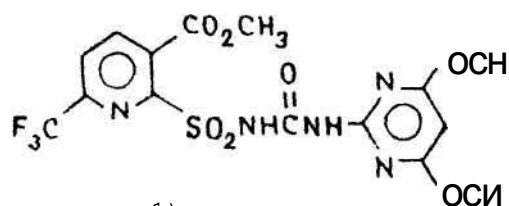
В перемешиваемый раствор 50,0 г (0,176 моль) метил 2-(аминосульфонил)-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата и

55,0 г (0,200 моля) сложного эфира фенол 4,6-диметоксипиримидин-2-ил карбаминовой кислоты в 75 мл диметилформамида добавляли 30 мл триэтиламина при комнатной температуре. После растворения твердого вещества раствор янтарного цвета разбавляли 150 мл метанола. В этот раствор медленно при комнатной температуре добавляли 40 г (0,185 моля) 25% раствора метилата натрия. После добавления 10 г 25% раствора метилата натрия в раствор помещали в качестве затравки 1,0 г ранее полученного соединения из заголовка примера. Полученный в результате осадок охлаждали до 10°C и перемешивали в течение 30 минут. Твердый осадок фильтровали и промывали холодным метанолом (2 x 50 мл), чтобы получить 75,7 г твердого вещества. Температура точки плавления 176-177°C (разлож.). Это твердое вещество содержало 3,0% воды в соответствии с титрованием Карла Фишера и 89,2% соединения из заголовка примера, которое анализировали при помощи ЖХВД. Скорректированный выход для метил 2-{аминосульфонил}-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата и добавленной затравки составил 81,4%.

**Пример 8.** Получение натриевой соли метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата (i).

В раствор 9,5 г (0,021 моля) метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилата, растворенного в 40 мл метанола, добавляли 5,0 мл (0,023 моля) 25% раствора метилата натрия в метаноле. Полученный в результате шлам перемешивали при комнатной температуре 40 минут, а затем фильтровали, чтобы получить 8,3 г натриевой соли, температура точки плавления 172-173°C (разлож.). Содержание воды составляло 5,9% согласно титрованию Карла Фишера.

При помощи использования процедур из примеров 1-8, а также Уравнений 1-6, соединение формулы I (Соединение 1) может быть получено любым специалистом в этой области техники.



Соединение 1)

Используемые композиции соединений формулы I могут быть получены с использованием известных приемов. К ним относятся дусты, гранулы, таблетки, растворы, суспензии, эмульсии, смачиваемые порошки, эмульгируемые концентраты и т.п. Многие из них могут быть применены непосредственно. Композиции для опрыскивания могут быть разбавлены в соответствующей среде и использованы в емкостях для опрыскивания объемом от нескольких литров до нескольких сот литров на гектар. Композиции с сильным воз-

10

действием, в основном, используют в качестве промежуточных материалов для последующего включения в формы. Такие формы, в общем случае, содержат от примерно 0,1 до 99% весовых активного ингредиента (ингредиентов) и по крайней мере один из (а) от примерно 0,1% до 20% поверхностно-активного агента (агентов) и (б) от примерно 0 до 99,9% твердого или жидкого инертного разбавителя (разбавителей). Более конкретно, они будут содержать эти ингредиенты в следующих приблизительных пропорциях:

	Массовые проценты*			J I Δ
	Активный ингредиент	Разбавитель	Поверх.- акт. агент	
Смачиваемые порошки	20-90	0-74	1-Ю	
Масляная суспензия, эмульсии, растворы (включая эмульгируемые концентраты)	3-50	40-95	0-15	i
Водная суспензия	10-50	40-84	1-20	i
Дусты	1-25	70-99	0-5	
Гранулы и таблетки	0,1-95	5-99,9	1-15	
Композиции сильного воздействия	90-99	0-10	0-2	
Заполненные пленки	0,1-90	10-90	0-10	.

\* Активный ингредиент плюс по крайней мере один из поверхностно-активных агентов или разбавителей составляют 100 вес. %.

Могут содержаться как более низкие, так и более высокие концентрации активного ингредиента, в зависимости от предназначения и физических свойств соединения. Иногда желательны более высокие отношения поверхностно-активного агента к активному ингредиенту, и их достигают при помощи включения в формы или при помощи перемешивания в резервуаре.

35

Типичные твердые разбавители описаны в книге: Watkins и др., "Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers", 2-е издание, изд. Dorland Books, Caldwell, New Jersey, но можно использовать другие твердые вещества, либо натуральные, либо синтезированные. Более абсорбирующие разбавители предпочтительны для смачиваемых порошков, а более плотные для дустов. Стандартные жидкие разбавители и растворители описаны в книге: Marsden, "Solvents Guide", 2-е издание, изд. Interscience, New York, 1950. Растворимость до 0,1% предпочтительна для суспензионных концентратов; растворимые концентраты предпочтительно стабильны относительно разделения фаз при температуре 0°C. В книгах: "McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual", MC

40

45

50

55

Publishing Corp., Ridgewood, New Jersey и Sisely и Wood, "Encyclopedia of Surface Active Agents", изд. Chemical Publishing Co., Inc., New York, 1964, перечислены поверхностно-активные агенты и рекомендации по их использованию. Все формы могут содержать небольшие количества добавок с тем, чтобы снизить пенообразование, образование комков, коррозию, микробиологический рост и т.д.

Различные приемы получения таких композиций также известны. Растворы получают в результате простого смешения ингредиентов. Тонко измельченные твердые композиции получают при помощи смешения и, в общем случае, измельчения в молотковой дробилке или мельнице, основанной на энергии жидкости. Суспензии получают при помощи влажного измельчения (см. например, Littel, Патент США № 3060084). Гранулы и таблетки могут быть изготовлены при помощи разбрызгивания активного материала на предварительно полученные гранулированные носители при помощи различных приемов агломерации. См. J. E. Browning, "Agglomeration", Chemical Engineering, 4 декабря 1967 г., стр. 147 и далее, и "Perry's



Chemical Engineer's Handbook", 5-е издание, McGraw-Hill, New York, 1963, стр. 8-57 и далее.

По поводу дальнейшей информации относительно различных приемов получения форм, см., например:

H. M. Loux, Патент США № 3235361, 15 февраля 1966 года, столбец 6, строка 16 - столбец 7, строка 19 и Примеры 10-41;

R. W. Luckenbaugh, Патент США № 3309192, 14 марта 1967 года, столбец 5, строка 43 - столбец 7, строка 62 и Примеры 8, 12, 15, 39, 41, 52, 53, 58, 132, 138-140, 162-164, 166, 167 и 169-182;

H. Gysin и E. Knusli, Патент США № 2891855, 23 июня 1959 года, столбец 3, строка 66 - столбец 5, строка 17, и Примеры 1-4;

G. C. Klingman, "Weed Control as a Science", изд. John Wiley and Sons, Inc., New York, 1961, стр. 81-96; и

J. D. Fryer и S. A. Evans, "Weed Control Handbook", 5-е изд., Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1968, стр. 101-103.

В приводимых ниже примерах все части являются массовыми, если не указано противное.

**Пример А.** Концентрат с сильным действием, %:

Метил 2-[[[4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат	99	35
Триметилнонил полиэтилен гликолевый простой эфир	1	

Поверхностно-активный агент разбрызгивали над активным ингредиентом в смесителе и смесь просеивали через сито США № 40 (отверстия диаметром 0,42 мм) перед упаковкой. Далее, этот концентрат включали в формы для практического применения.

**Пример Б.** Смачиваемый порошок, %:

Метил 2-[[[4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат	65
Додецилфенол полиэтилен гликолевый простой эфир	2
Лигнинсульфонат натрия	4
Силикоалюминат натрия	6
Монтмориллонит (кальцинированный)	23

Эти ингредиенты тщательно перемешивали.

Жидкий поверхностно-активный агент добавляли при помощи разбрызгивателя над твердыми ингредиентами в смесителе.

После измельчения в молотковой дробилке, чтобы получить частицы в подавляющем большинстве меньше 100 микрон, материал снова смешивали и пропускали через сито США № 50 (диаметр 10 отверстий 0,3 мм), и упаковывали.

**Пример В.** Водная суспензия,

%:	
Метил 2-[[[4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат	50,0
Полиакриловая кислота (загущающий агент)	0,3
Додецилфенол полиэтилен гликолевый простой эфир	0,5
Динатрий фосфат	1
Мононатрий фосфат	0,5
Поливинил.овый спирт	1,0
<b>Вода</b>	<b>46,7</b>

Эти ингредиенты перемешивали и измельчали вместе в песчаной мельнице, чтобы получить частицы в подавляющем большинстве размером меньше 5 микрон.

**Пример Г.** Масляная суспензия,

%:	
Метил 2-[[[4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-пиридинкарбоксилат	35
Смесь карбоновых сложных эфиров многоатомных спиртов и растворимых в массе нефтяных сульфокислот	6
Ксилол	59

Ингредиенты соединяли и измельчали вместе в песчаной мельнице, чтобы получить частицы в подавляющем большинстве ниже 3 микрон. Этот продукт можно использовать непосредственно, смешать с маслом или эмульгировать в воду.

**Пример Д.** Масляная суспензия,

%:	
Метил 2-[[[4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-пиридинкарбоксилат	25

Гексаолеат полиокси-этилен сорбита 5  
Высокоалифатическое углеводородное масло 70

Эти ингредиенты измельчали вместе в песчаной мельнице до тех пор, пока размер твердых частиц не будет уменьшен до менее примерно 5 микрон. Полученную в результате густую суспензию можно применять непосредственно, но в предпочтительном варианте после смешения с маслом или эмульгирования в воде.

Пример Е. Водная суспензия, %:  
Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат 15  
Гидратированный • атапульгит 25 20  
Сырой лигнинсульфонат кальция 3  
Двукислый фосфат натрия 10  
Вода 0,5 25  
61,5

Ингредиенты измельчали вместе в шаровой или кольцевой мельнице до тех пор, пока размер твердых частиц не будет снижен в диаметре до ниже 10 микрон.

Пример Ж. Смачиваемый порошок, %:

Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат 35  
Диоктил сульфосукцинат натрия 40,0 40  
Лигнинсульфонат натрия 1,5  
3  
Метиловая целлюлоза низкой вязкости 1,5  
Аттапульгит 54 45

Эти ингредиенты тщательно смешивали, пропускали через воздушную мельницу, чтобы получить средний размер частиц ниже 15 микрон, затем снова перемешивали и пропускали через сито США № 50 (размер отверстий 0,3 мм) перед упаковкой.

Все соединения, являющиеся предметом настоящего изобретения, могут быть включены в формы при помощи аналогичных процедур.

Пример 3. Гранулы, %:  
Смачиваемый порошок 15  
Гипс 69  
Сульфат калия 16

Ингредиенты перемешивали в роторном миксере и, чтобы осуществить грануляцию, поливали водой. Когда большая часть материала достигала размера из области от 0,1 до 0,42 мм (Сита США №№ 18 и 40), гранулы извлекали, сушили и просеивали. Материал большего размера дробили, чтобы получить дополнительное количество материала из указанной области. Эти гранулы содержат 6% активного ингредиента.

Пример И. Смачиваемый порошок, %:

Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат 5Ф  
Алкилнафталинсульфонат натрия 2  
Метил целлюлоза низкой вязкости 2  
Диатомовая земля 46

Эти ингредиенты смешивали, грубо измельчали в молотковой дробилке, а затем измельчали в воздушной мельнице, чтобы получить частицы активного ингредиента в подавляющем большинстве размером меньше 10 микрон в диаметре. Продукт снова перемешивали перед упаковкой.

Пример К. Экструдированные гранулы, %:

Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат 25  
Безводный сульфат натрия 10  
Неочищенный лигнин сульфонат кальция' 5  
Алкилнафталинсульфонат натрия 1  
Бентонит кальция/магния 59

Ингредиенты смешивали, дробили в молотковой мельнице, а затем увлажняли при помощи примерно 12% воды. Смесь подвергали экструзии в форме цилиндров диаметром примерно 3 мм, которые затем резали, чтобы получить гранулы длиной примерно 3 мм. Их можно использовать непосредственно после сушки или высушенные таблетки можно измельчить и пропустить через сито США № 20 (диаметр отверстий 0,84 мм). Гранулы, которые удерживаются на сите № 40 (диаметр отверстий 0,42 мм) могут быть упакованы для использования, а пыль рециркулируется.

Пример Л. Смачиваемый порошок,  
%:

Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат	80	
Алкилнафталинсульфонат натрия	2	10
Лигнинсульфонат натрия	2	
Синтетическая аморфная двуокись кремния	3	
Каолин	13	
Ингредиенты смешивали, а затем измельчали в молотковой дробилке, чтобы получить частицы со средним размером частиц менее 25 микрон в диаметре. Материал снова перемешивали и просеивали через сито США № 50 (диаметр отверстий 0,3 мм) перед упаковкой.	15	20

Пример М. Концентрат сильного действия, %:

Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилат	98,5	25
Аэрогель двуокиси кремния	0,5	30
Синтетическая, аморфная, тонко измельченная двуокись кремния	1,0	35
Эти ингредиенты смешивали и измельчали в молотковой дробилке, чтобы получить концентрат сильного действия, который по существу полностью проходит через сито США № 50 (диаметр отверстий 0,3 мм). Этот материал можно затем включить в формы самыми различными путями.	40	

Пример Н. Раствор, %:

Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилатная натриевая соль	5	45
Вода	95	
Соль добавляли непосредственно в воду при перемешивании, чтобы получить раствор, который можно затем упаковать для использования.	55	

Пример О. Раствор, %: +

Метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-

амино]карбонил]амино]-сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиридинкарбоксилатная натриевая соль

Водный раствор поливинилового спирта	50
Додецилбензол сульфонат натрия	49
	1

Сухие ингредиенты вместе измельчали, а затем смешивали с раствором поливинилового спирта. Смесь сливали в виде пленки объемом 10-40 мл на плоскую поверхность, а затем сушили, чтобы удалить избыток воды.

Результаты испытаний указывают на то, что соединение настоящего изобретения является высокоактивным гербицидом как до появления всходов, так и после появления всходов, а также регулятором роста растений. Это соединение можно использовать до и/или после появления всходов против широкого спектра трав и широколиственных сорняков 8 посевах зерновых культур. Это соединение особенно эффективно при уничтожении лисохвоста (*Alopecurus myosuroides*) в посевах зерновых культур, таких как пшеница, (*Triticum aestivum*), ячмень (*Hordeum vulgare*), овес (*Avena sativa*), рожь (*Secale cereale*) и тритикал (*Triticum x Secale*).

Эффективное количество соединения, являющегося предметом настоящего изобретения, определяли с учетом нескольких факторов. Эти факторы включают: выбранный тип формы, способ применения, количество растительности, условия роста и т.д. В общем случае, эффективным количеством соединения, являющегося предметом настоящего изобретения, является количество в области от 0,001 до 20 кг/га, в предпочтительном варианте от 0,002 до 0,25 кг/га. Соединение настоящего изобретения можно использовать отдельно или в комбинации с другими, производимыми промышленностью гербицидами, инсектицидами или фунгицидами.

Ниже приведен список некоторых гербицидов, которые можно использовать в смесях. Комбинацию соединения настоящего изобретения с одним или несколькими из приводимых ниже гербицидов можно особенно эффективно использовать для борьбы с сорняками в посевах зерновых культур.

Общепринятое наименование	Химическое наименование
Амидосульфурон	М-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино] сульфонил]-Ы-мети'лметансульфонамид
Барбан	4-хлор-2-бутинил 3-хлоркарбамат
ОДетил бенсульфурон	2-[[[( <sup>4</sup> »6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил1-амино] сульфонил]метил]бензойная кислота, метиловый сложный эфир
Бентазон	2,2-двуокись 3-(1-метилэтил)-(1Н)-2,1,3-бензотиадин-4{3Н)-она
Бензоилпроп	Ы-бензоил-Ы-(3,4-дихлорфенил)-Оь-аланин Метил
Бифенокс	5-(2,4-дихлорфенокси)-2-нитробензоат 3,5-дибром-
Бромоксинил	4-оксибензонитрил
Бутахлор	Ы-(бутоксиметил)-2-хлор-М-(2,6-диэтилфенил)ацетамид
Хлорпрофам	1-метилэтил 3-хлорфенилкарбамат
Хлорсульфурон	2-хлор-Ы-[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-амино}карбонил}-бензолсульфонамид
Хлортолурун	Ы'-(3-хлор-4-метилфенил)-Ы,М-диметилмочевина
Цинметилин	экзо-1 -метил-4-( 1 -метилэтил)-2-[(2-метилфенил)метокси]-7-оксабицикло [2.2.1 ]гептан
ДСРА	Диметил 2,3,5,6-тетрахлор-1,4-бензолдикарбоксилат
Диаллат	3-(2,3-дихлор-2-пропенил)бис{ 1 -метилэтил)карбамотиоат
Дикамба	3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота 2,6-
Дихлобенил	дихлорбензонитрил (±)-2-(2,4-
Дихлорпроп	дихлорфенокси)пропановая кислота
Дихлофоп	(±)-2-[4-(2,4-дихлорфенокси)фенокси]пропановая кислота
Дифензокват	1,2-диметил-3,5-дифенил-1 Н-пиразолий
Дифлуфеникан	2',4'-дифтор-2-(а,а,а - трифтор-метатолилокси)никотинилид
DNOC Феноксапроп-	2-метил-4,6-динитрофенол
этил	Этил (±) -2- [4- [6- (хлор-2-бензоксазолил) окси] фенокси} -пропаноат
Феноксапроп-этил	С агентом, защищающим сельскохозяйственные культуры
Флампроп	М-бензоил-М-(3-хлор-4-фторфенил)-01_-аланин

Общепринятое наименование	Химическое наименование
Флуазифоп	(±)-2-[4-[[5-(трифторметил)-2-пиридинил]окси]фенокси]-пропановая кислота
Флуазифоп-П	(В)-2-[4-[[5-(трифторметил)-2-пиридинил]окси]фенокси]-пропановая кислота
Флухлоралин	Ы-(2-хлорэтил)-2,6-динитро-Ы-пропил-4-(трифторметил)бензоламин
Ф/г/орохлоридин	3-хлор-4-(хлорметил)-1-[3-(трифторметил)фенил]-2-пирролидинон
Флуросипир	4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридилоксиуксусная кислота
імачаметабенз	Метиловый сложный эфир 6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-метатолуоловой кислоты и метиловый сложный эфир 6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-пара-толуиловой кислоты
Юі синил	4-окси - 3,4- дииодбензонитрил Ы-(4-изопропилфенил)-
Изопротурон	М'-М'- диметилмочевина Ы'-(3,4-дихлорфенил)-Ы-
Линурон К4СРА	метокси-Ы-метилмочевина (4-хлор-2-
МСРВ	метилфенокси)уксусная кислота 4-(4-хлор-2-
	метилфенокси)бутановая кислота (±)-2-(4-хлор-2-
Мефлуидид	метилфенокси)пропановая кислота
Метабензтиазуо*ж	М-[2,4-диметил-5-[[ (трифторметил)сульфонил]амино]-фенил]ацетамид
Метоксурон	1,3-диметил-3-(2-бензотиазолил)мочевина Ы'-(3-хлор-
Улетрибузин	4-метоксифенил)-Ы,Ы- диметилмочевина
Метсульфуров метил	4-амино-6-( 1,1 -диметилэтил)-3-(метилтио)-1,2,4-триазин-5(4Н)-он
	2-[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]-каобонил]амино] сульфонил]бензойная кислота, метиловый сложный эфир
Монурон	Ы'-(4-хлорфенил)-М,М-диметилмочевина
Небурон	1 -бугил-3-(3,4-дихлорфенил)-1 -метилмочевина
Пиклорам	4-амино-3,5,6-трихлор-2-пиридин карбоновая кислота
PPG-1013	5-[2-хлор-4-(трифторметил)фенокси]-2-нитроацетофенон оксим-О-уксусная кислота, метиловый сложный эфир
Пропанил	Н (3,4- дихлорфенил)пропанамид

Общепринятое наименование	Химическое наименование
Сульфометурон метил	Метиловый сложный эфир 2-Щ[(4,6-диметил-2-пиридинил)амино]карбонил]амино]сульфонил]бензойной кислоты
Третичн. -бутилазин	2-(третичн.-бутиламино)-4-хлор-6-(этиламино)-3-триазин
Третичн.-бутрин	Ы-(1,1-диметилэтил)-М'-этил-6-(метилтио)-1,3,5-триазин-2,4- диамин
Трифенсульфурон	Метиловый сложный эфир ДО[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]амино]сульфонил]-2-тиофенкарбоновой кислоты
Триаллат Трибенурон метил	8-(2,3,3-трихлор-2-пропенил) 3-бис(1-метилэтил) карбамотиоат
Трифлуралин	Метиловый сложный эфир 2-[Ш(Ы-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-Ы-метиламино]карбонил]-амино]сульфонил] бензойной кислоты
2,4-D	2,6-дини7ро-М,М-дипропил-4-(трифторметил)-бензоламин
2,4-DB	(2,4-дихлорфенокси)уксусная кислота 4-(2,4-дихлорфенокси)бутановая кислота

Селективные гербицидальные свойства предлагаемого соединения, которые делают его эффективным в качестве "злакового" гербицида, подтверждали в нескольких теплицах и полевых испытаниях. Полное уничтожение лисохвоста 35 (*Alopecurus myosuroides*) при помощи предлагаемого соединения особенно демонстрируется результатами трех полевых испытаний, представленными Таблицами D, E и F. Описания и результаты испытаний 40 приведены ниже.

Испытание А. Семена ячменя (*Hordeum vulgare*), проса петушьего (*Echinochloa crus-galli*), ковра кровельного (*Bromus secalinus*), дурнишника 45 (*Xanthium pensylvanicum*), кукурузы (*Zea mays*), хлопка (*Gossypium hirsutum*), росички кровяной (*Digitaria spp.*), щетинника большого (*Setaria faberi*), ипомеи (*Ipomoea spp.*), риса (*Oryza sativa*), сорго (*Sorghum 50 bicolor*), соевых бобов (*Glycine max*), сахарной свеклы (*Beta vulgaris*), лимнохари-са (*Abutilon theophrasti*), пшеницы (*Triticum aestivum*), овсяга (*Avena fatua*) и осоки пурпурной (*Cyperus rotundus*) выращивали 55 и обрабатывали до появления всходов испытываемыми химическими препаратами, растворенными в нефитотоксичном растворителе. В то же самое время эти сельскохозяйственные культуры и травы обра-

батывали также после появления всходов испытываемыми химическими препаратами. При обработке после появления всходов растения распределялись по высоте от двух до восемнадцати см (стадия двух-трех листьев). Обработанные растения и контрольные растения выдерживали в теплице в течение приблизительно шестнадцати дней, после чего все растения сравнивали с контрольными и делали визуальную оценку. Оценки реакции растений, приведенные в таблице А, основаны на шкале от 0 до 10, где 0 обозначает отсутствие какого-либо воздействия, а 10 - полное уничтожение. Тире (-) обозначает отсутствие результата испытания.

Испытание В. Семена ячменя (*Hordeum vulgare*), проса петушьего (*Echinochloa crus-galli*), лисохвоста (*Alopecurus myosuroides*), песчанки (*Stellaria media*), дурнишника (*Xanthium pensylvanicum*), кукурузы (*Zea mays*), хлопка (*Gossypium hirsutum*), росички кровяной (*Digitaria spp.*), ковра пушистого (*Bromus tectorum*), щетинника большого (*Setaria faberi*), щетинника зеленого (*Setaria viridis*), дурмана вонючего (*Datura stramonium*), роговика унло-видного (*Sorghum halepense*), мари белой (*Chenopodium album*), ипомеи (*Ipomoea spp.*), капусты (*Brassica napus*), риса (*Oryza sativa*), резухи канадской (*Cassia obtusifolia*),

соевых бобов (*Glycine max*), сахарной свеклы (*Beta vulgaris*), молочая (*Sida spinosa*), лимнохариса (*Abutilon theophrasti*), пшеницы (*Triticum aestivum*), гречихи дикой (*Polygonum convolvulus*), овсюга (*Avena fatua*) и осоки пурпурной (*Cyperus rotundus*) выращивали и обрабатывали до появления всходов испытываемыми химическими препаратами, растворенными в нефитотоксичном растворителе. В то же самое время эти сельскохозяйственные культуры и сорняки обрабатывали также после появления всходов испытываемыми химическими препаратами. При обработке после появления всходов растения распределялись по высоте от двух до восемнадцати см (стадия второго-третьего листа). Обработанные и контрольные растения выдерживали в теплице в течение приблизительно 24 дней, после чего все виды сравнивали с контрольными и осуществляли визуальную оценку. Оценки реакции растений, собранные в таблице В, изменяются в области от 0 до 10, причем 0 соответствует отсутствию эффекта, а 10 означает полное уничтожение. Тире (-) означает, что результат испытания отсутствует.

**Испытание С.** Соединения, используемые в этом испытании, включали в нефитотоксичный растворитель и применяли к поверхности почвы до появления всходов (обработка до появления всходов) и к растениям, которые находились в стадии роста первого-четвертого листа (обработка после появления всходов). Для испытания до появления всходов использовали супесчаную почву, в то время как для испытания после появления всходов использовали смесь супесчаной почвы и почвы, используемой в теплицах, в отношении 60:40. Испытываемые соединения применяли в течение приблизительно одного дня после посадки семян в испытании до появления всходов. Растения этих сельскохозяйственных культур и сорняков подвергали селекции, чтобы обеспечить соответствующий рост растений в испытании после появления всходов. Все виды растений выращивали в соответствии со стандартной тепличной практикой. В этом испытании использовали следующие виды культурных растений и сорняков: озимый ячмень (*Hordeum vulgare*, с. "Игри"), подмаренник (*Galium aparine*), лисохвост (*Alopecurus myosuroides*), песчанка (*Stellaria media*), костер пушистый (*Bromus tectorum*), фиалка полевая (*Viola arvensis*), щетинник зеленый (*Setaria viridis*), вероника персидская (*Veronica persica*), капуста (*Brassica*

*napus* cv. "Jet Neuf"), плевел (*Lolium multiflorum*), сахарная свекла (*Beta vulgaris* cv. "US1"), подсолнух (*Helianthus annuus* сорта "Русский гигант"), яровая пшеница (*Triticum aestivum* сорта "ЕРА"), озимая пшеница (*Triticum aestivum* сорта "Талант"), дикая гречиха (*Polygonum convolvulus*), дикая горчица (*Sinapis arvensis*), овсюг (*Avena fatua*) и дикий редис (*Raphanus raphanistrum*). Лисохвост и овсюг обрабатывали после появления всходов на двух стадиях роста. На первой стадии (1) растения имели два-три листа. На второй стадии (2) растения имели приблизительно четыре листа или находились на начальных стадиях кущения. Обработанные растения и необработанные контрольные растения выдерживали в теплице в течение приблизительно от 21 до 28 дней, после чего все обработанные растения сравнивали с необработанными контрольными растениями, и осуществляли визуальную оценку. Оценки реакции растений, собранные в таблице С, основаны на шкале от 0 до 10, причем 0 соответствует отсутствию эффекта, а 10 - полной гибели. Тире (-) обозначает отсутствие результатов испытания.

**Испытание D.** Полевые участки засевали семенами озимой пшеницы (*Triticum aestivum*), озимого ячменя (*Hordeum vulgare*) и лисохвоста (*Alopecurus myosuroides*), и обрабатывали после появления всходов испытываемыми химическими препаратами, растворенными в нефитотоксичном растворителе. Через тридцать шесть дней после обработки обработанные растения сравнивали с контрольными и делали визуальную оценку. Оценки реакции растений, приведенные в таблице D, основаны на шкале от 0 до 10, причем 0 соответствует отсутствию эффекта, а 10 - полной гибели.

**Испытание E.** Полевые участки засевали семенами озимой пшеницы (*Triticum aestivum*) и лисохвоста (*Alopecurus myosuroides*) и обрабатывали после появления всходов испытываемыми химическими препаратами, растворенными в нефитотоксичном растворителе. Через сорок девять дней после обработки обработанные растения сравнивали с контрольными и делали визуальную оценку. Оценки реакции растений, приведенные в таблице E, базировались на шкале от 0 до 10, причем 0 соответствует отсутствию эффекта, а 10 - полной гибели.

**Испытание F.** Полевые участки засевали семенами озимой пшеницы

(*Triticum aestivum*), озимого ячменя (*Hordeum vulgare*) и лисохвоста (*Alopecurus myosuroides*), и обрабатывали после появления всходов испытываемыми химическими препаратами, растворенными в не- 5 фитотоксичном растворителе. Шестьдесят шесть дней спустя обработанные растения сравнивали с контрольными растениями и делали визуальную оценку. Оценки реакции растений, приведенные в таб- 10 лице F, базировались на шкале от 0 до 10, причем 0 соответствует отсутствию эффекта, а 10 - полной гибели.

**Испытание G.** Испытываемые растения лисохвоста (*Alopecurus 15 myosuroides*), озимой пшеницы "Талант" (*Triticum aestivum*) и озимого ячменя "Иг-ри" (*Hordeum vulgare*) выращивали в тепличных условиях до стадии 2 листа. Стандартные волокнистые горшочки (4"), за- 20 полненные смесью супесчаной почвы Матапик, песка и смеси Микс (приблизительно в пропорции 50:10:40 по объему), использовали в этом испытании.

Соединение 1 и натриевую соль Сое- 25 динения 1 растворяли в базовых растворах, используя небольшое количество (1

мл) ацетона и воды, соответственно. Соответствующие количества каждой полученной смеси доводили до стандартного объема для опрыскивания (28 мл) в растворе деионизированной воды и 0,25% (м/о) поверхностно-активного агента "Х-77". Обработку осуществляли для испытываемых растений. Каждую композицию испытывали в дозе 2,4,8 и 16 г активного ингредиента/га на лисохвосте, и дозе 8,16,32 и 64 г активного ингредиента/га для зерновых культур. Каждую обработку повторяли четыре раза.

После обработки испытываемые растения возвращали в теплицу для периодической оценки. На 21 день после обработки делали визуальную оценку на поражение для лисохвоста, контрольных растений и зерновых культур. Шкала визуальных оценок изменяется от 0 до 100% от контрольных, причем 0 обозначает полное отсутствие визуальных поражений относительно необработанных контрольных растений, а 100% - полную гибель. Оценка в 20% и выше для зерновых культур представляет неприемлемый уровень поражения в соответствии с этой шкалой.

Таб л и т да

Доза, г/га	Соединение 1		Доза, г/га	Соединение 1	
	50	10		50	10
До появления всходов -			После появления всходов		
Ячмень	6	2	Ячмень	7	4
Просо петушье	9	9	Просо петушье	9	5
Костер кровельный	8	7	Костер кровельный	7	2
Дурнишник	10	10	Дурнишник	9	-
Кукуруза	9	7	Кукуруза	9	7
Хлопок	9	9	Хлопок	8	7
Росичка кровяная	7	7	Росичка кровяная	8	8
Щетинник большой	7	4	Щетинник большой	5	3
Ипомея	3	5	Ипомея	9	8
Осока	-	10	Осока	10	19
Рис	9	9	Рис	10	9
Сорго	7	2	Сорго	7	0
Соевые бобы	9	9	Соевые бобы	9	8
Сахарная свекла	9	9	Сахарная свекла	9	9
Лимнохарис	9	8	Лимнохарис	9	7
Пшеница	1	0	Пшеница	0	0
Овсяг	3	0	Овсяг	3	0



Т а б и ц а В

После появления всходов	Соединение 1				Доза, г/га	Соединение 1			
	62	16	4	1		62	16	4	1
После появления всходов					До появления всходов				
Ячмень	3	0	0	0	Ячмень	6	5	3	0
Лисохвост	10	10	10	8	Лисохвост	7	6	5	3
Песчанка	10	10	10	9	Песчанка	8	7	7	5
Дурнишник	10	10	10	10	Дурнишник	10	8	7	7
Кукуруза	10	8	7	7	Кукуруза	7	6	0	0
Хлопок	10	10	10	8	Хлопок	8	8	7	5
Росичка кровавая	10	6	5	4	Росичка кровавая	9	8	7	6
Костер пушистый	9	3	0	0	Костер пушистый	5	3	0	0
Лисохвост большой	6	3	0	0	Лисохвост большой	7	5	0	0
Щетинник зеленый	9	6	4	3	Щетинник зеленый	9	7	5	0
Дурман вонючий	10	10	10	10	Дурман вонючий	9	9	9	9
Роговик униловидный	5	3	0	0	Роговик униловидный	8	6	3	0
Марь белая	10	10	10	7	Марь белая	-	-	-	-
Ипомея	8	5	5	2	Ипомея	8	6	3	0
Осока	10	10	10	5	Осока	10	10	8	6
Капуста	10	10	10	10	Капуста	10	10	10	10
Сухие семена риса	10	9	7	5	Сухие семена риса	10	10	10	7
Резуха канадская	10	10	10	10	Резуха канадская	9	8	8	3
Соевые бобы	10	10	10	9	Соевые бобы	8	6	5	3
Сахарная свекла	10	10	10	-	Сахарная свекла	10	10	10	10
Молочай	10	10	10	9	Молочай	8	7	7	6
Лимнохарис	10	10	10	7	Лимнохарис	10	10	8	7
Пшеница	3	0	0	0	Пшеница	3	0	0	0
Дикая гречиха	10	10	10	10	Дикая гречиха	10	10	9	9
Овсяг	4	0	0	0	Овсяг	6	3	0	0
Просо петушье	10	10	10	10	Просо петушье	10	10	8	4

Т а б / и ц а

Доза. г/га	Соединение 1					
	125	64	32	16	8	4
После появления всходов						
Лисохвост (1)	-	-	—	—	—	—
Лисохвост(2)	10	10	10	8	6	5
Песчанка	10	8	6	4	2	0
Костер пушистый	2	0	0	0	0	0
Фиалка полевая	4	2	0	0	0	0
Galium (1)	10	7	5	4	2	0
Щетинник зеленый	10	9	8	6	4	3
Вероника персидская	3	2	0	0	0	0
Капуста	10	10	10	10	10	10
Плевел	6	5	3	0	0	0
Сахарная свекла	10	8	6	6	5	4
Подсолнечник	10	10	10	10	10	10
Пшеница (яровая)	2	0	0	0	0	0

Продолжение табл. С

	Соединение 1					
	125	64	32	16	8	4
После появления всходов						
Пшеница (озимая)	2	0	0	0	0	0
Дикая гречиха	10	10	8	6	4	2
Дикая горчица	10	10	10	10	10	9
Овсяг (1)	0	0	0	0	0	0
Овсяг (2)	0	0	0	0	0	0
Редис дикий	10	10	10	10	10	10
Озимый ячмень	4	2	0	0	0	0
До появления всходов						
Лисохвост(1)	10	8	7	7	3	2
Лисохвост (2)	10	10	8	7	4	3
Песчанка ♦	10	10	10	10	9	8
Костер пушистый	7	5	4	2	0	0
Фиалка полевая	10	10	10	10	9	7
Galium (1)	10	10	10	10	9	6
Щетинник зеленый	10	8	7	6	4	2
Вероника персидская	10	10	10	8	7	6
Капуста	10	10	10	10	10	9
Плевел	7	6	5	3	2	0
Сахарная свекла	10	10	10	10	9	8
Подсолнечник	10	10	10	10	8	6
Пшеница (яровая)	2	1	0	0	0	0
Пшеница (озимая)	2	2	0	0	0	0
Дикая гречиха	10	10	8	7	5	3
Дикая горчица	10	* 10	10	10	9	8
Овсяг (1)	3	2	0	0	0	0
Овсяг (2)	4	2	0	0	0	0
Редис дикий	10	10	10	10	8	6
Озимый ячмень	6	4	2	0	0	0

Т а б л и ц а Д

Соединение 1 (36 дней после обработки)

Доза, г/га	Озимая пшеница	Озимый ячмень	Лисохвост
70	1	3	10
35	1	2	10
18 8	0	1	10
	0	0	10

Т а б л и ц а Е

Соединение 1 (49 дней после обработки)

Доза, г/га	Озимая пшеница	Лисохвост
64		10
32		10
16 8		10 9

о о о о

Т а б л и ц а F

Соединение 1 (66 дней после обработки)

Доза, г/га	Озимая пшеница	Озимый ячмень	Лисохвост
64	0	5	10
32	0	5	9
16	0	4	- 8
8	0	3	7
4	0	2	4

Т а б л и ц а G

Соединение 1 и натриевая соль соединения 1, включенные в технические или РУОН-пленки

Форма соединения 1	Доза, г акт. ин./га	Виды и с/х культур*, % фитотоксичности		
		BKG	WWT	BWI
Необработанные	0	0**	0	0
Испытанные РУОН-пленки	0	0	0	0
Соединение 1	2	60	—	—
(95% акт.ин.)	4	74	-	-
	8	86	0	3
*	16	90	0	10
	32	-	10	23
	64	-	25	38
Натриевая соль	2	60	—	—
соединения 1	4	78	-	-
(95% акт.ин.)	8	88	0	3
	16	93	3	13
	32	-	8	23
	64	—	23	40
Соединение 1	2	60	—	—
в РУОН***	4	75	—	—
(приблизительно	8	\$5	0	3
45% акт.ин.)	16	90	0	10
	32	-	5	25
	64	-	20	38

Продолжение табл. G

Форма соединения 1	Доза, г акт. ин./га	Виды и с/х культур*, % фитотоксичности		
		BKG	WWT	BWI
Натриевая соль соединения 1 в РУОН (приблизительно 45% акт.ин.)	2	58	0 0	3 18
	4 8	79	5	23
	16	88	13	35
	32	90		
	64			

\* Виды сорняков и сельскохозяйственных культур: BKG - лисохвост, WWT - озимая пшеница "Талант", BWI - озимый ячмень "Игри".

\*\* Каждое приведенное число представляет среднее значение по четырем наблюдениям.

\*\*\* Поливиниловый спирт.

Упорядник

Техред **М. Келемеш**Коректор **М. Самборська**

Замовлення 539

Тираж

Підписне

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

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101