



УКРАЇНА

(19) UA (11) 59350 (13) C2

(51) 7 C07D471/04, A01N43/90,
C07D213/71, 487/04МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД(54) СПОЛУКА N-([1,2,4,]ТРИАЗОЛОАЗИНІЛ)БЕНЗОЛСУЛЬФОНАМІДУ, ПРОМІЖНІ СПОЛУКИ,
ГЕРБИЦИДНА КОМПОЗИЦІЯ ТА СПОСІБ БОРОТЬБИ З НЕБАЖАНОЮ РОСЛИННІСТЮ

1

2

(21) 98052683

(22) 23 09 1997

(24) 15 09 2003

(86) PCT/US97/16867, 23 09 1997

(31) 60/026,556

(32) 24 09 1996

(33) US

(46) 15 09 2003, Бюл. № 9, 2003 р

(72) Джонсон Тімоті С., US, Еш Мері Л., US, Ер Роберт Джей, US, Джонстон Річард Д., US, Клешик Уільям А., US, Мартін Тімоті П., US, Манн Річард К., US, Побанц Марк А., US, Ван Хеертум Джон, US

(73) ДАУ АГРОСАЙАНСІЗ ЛЛС, US

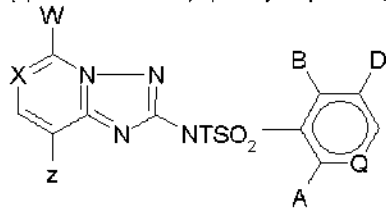
(56) DE, A, 2 054 142, 03 06 1971, кл. C07d 31/48

EP, A1, 0 618 209, 05 10 1994, кл. C07D 513/04

EP, A1, 0 343 752, 29 11 1989, кл. C07D 487/04

US, A, 5 163 995, 17 11 1992, кл. A01N 43/90

WO, A, 96 01826, 25 01 1996, кл. C07D 471/04

(57) 1 Сполука N-
(триазолоазиніл)арилсульфонамід формули (I)

в якій

X означає N або C-Y,

W означає O(C₁-C₃алкіл), Cl, Br, F або H,Y означає H, OCH₃, F, Cl, Br, I або CH₃, необов'язково заміщений від одного до трьох атомами фтору,Z означає O(C₁-C₃алкіл), H, F, Cl, Br, I, S(C₁-C₃алкіл) або CH₃, необов'язково заміщений від одного до трьох атомами фтору, за умови, що принаймні один із W або Z означає O(C₁-C₃алкіл),

Q означає C-H або N,

A означає F, Cl, Br або I або CO₂(C₁-C₄алкіл) або означає C₁-C₃алкіл, O(C₁-C₄алкіл), O(C₃-C₄алкеніл), O(C₃-C₄алкініл) або S(C₁-C₃алкіл), кожен з яких необов'язково заміщений одним із таких замісників, як O(C₁-C₃алкіл), S(C₁-C₃алкіл), хлор, бром або ціаногрупа, або максимально можливою

кількістю атомів фтору, або означає 2-метил-1,3-діоксолан-2-ільну частину, і коли Q означає N, H, B означає H, F, Cl, Br, I, NO₂, CN, CO₂(C₁-C₄алкіл), NH(C₁-C₃алкіл) або N(C₁-C₃алкіл)₂ або означає O(C₁-C₄алкіл), O(C₃-C₄алкеніл), O(C₃-C₄алкініл), C₁-C₃алкіл, S(C₁-C₃алкіл), SO(C₁-C₃алкіл), SO₂(C₁-C₃алкіл), S(C₃-C₄алкеніл), SO(C₃-C₄алкеніл), SO₂(C₃-C₄алкеніл), S(C₃-C₄алкініл), SO(C₃-C₄алкініл) або SO₂(C₃-C₄алкініл), кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таких як O(C₁-C₃алкіл), S(C₁-C₃алкіл), хлор, бром або ціаногрупа або максимально можливою кількістю атомів фтору, за умови, що A і B одночасно не означають водень,

D означає H, F, Cl, Br, I, C₁-C₃алкіл, OCH₃, OC₂H₅, CH₂F, CHF₂ або CF₃, або B і D разом означають фрагмент формули O-CH₂-O, необов'язково заміщений одним або декількома атомами фтору або CH₃,

T означає H, SO₂R, C(O)R, C(O)OR, C(O)NR'₂ або CH₂CH₂C(O)OR,

R означає C₁-C₄алкіл, C₃-C₄алкеніл або C₃-C₄алкініл, кожен з яких необов'язково містить від одного до двох замісників, таких як хлор, бром, O(C₁-C₄алкіл) або феніл, і від одного до максимального числа фтор-замісників, і R' означає H, C₁-C₄алкіл, C₃-C₄алкеніл або C₃-C₄алкініл,

і, коли T означає водень, солі цих сполук, які є придатними для сільськогосподарського використання

2 Сполука згідно з п. 1, в якій T означає водень

3 Сполука згідно з п. 1, в якій X означає азот, а Q означає C-H

4 Сполука згідно з п. 1, в якій W означає метоксигрупу, а Z означає метоксигрупу, фтор, хлор або бром

5 Сполука згідно з п. 1, в якій A означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу, 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу, трифторметоксигрупу, хлор або фтор,

В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметил, метилтіогрупу, метил, трифторметил, трифторметоксигрупу, фтор, хлор або метоксикарбоніл, і

(13) C2

(11) 59350

(19) UA

D означає водень, фтор, хлор, бром або метил
6 Сполука згідно з п 5, в якій В означає метоксигрупу, а D означає водень, в якій А означає метоксигрупу і D означає водень, метил або хлор, або в якій В означає трифторметил, і D означає водень

7 Сполука згідно з п 1, в якій Q означає C-H, і А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу або 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу або 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу,

В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметил, трифторметил, фтор, хлор або метоксикарбоніл, і D означає водень, хлор або метил, або в якому Q означає азот, і

А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиметоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу або 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу,

В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, трифторметил або метоксикарбоніл, і

D означає водень або метил

8 Сполука згідно з п 1, яку вибирають із групи 2-метокси-6-(трифторметил)-N-(6-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід,

2,6-диметокси-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід,

2-метокси-6-метоксикарбоніл-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-а]-придин-2-іл)бензолсульфонамід,

2-метокси-5-метил-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід,

5-хлор-2-метокси-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід,

2-метокси-4-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)придин-3-сульфонамід,

2-(2-фторетокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід,

2-(2-хлоретокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід,

2-(2,2-дифторетокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід та

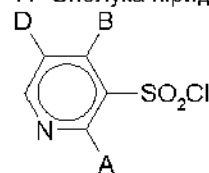
2-(1-фторметил-2-фторетокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-іл)бензолсульфонамід

9 Композиція, яка відрізняється тим, що вона містить гербіцидно активну кількість сполуки N-(триазолазиніл)арилсульфонамід згідно з будь-яким із пп 1-8 додатково у суміші з прийнятними для використання у сільському господарстві допоміжною речовиною або носієм

10 Спосіб боротьби з небажаною рослинністю, який відрізняється тим, що на рослини або їх locus наносять гербіцидно ефективну кількість

сполуки N-(триазолазиніл)арилсульфонамід згідно з будь-яким із пп 1-8

11 Сполука піридин-3-сульфонілхлориду формули



в якій

А означає F, Cl, Br або I, або CO₂(C₁-C₄алкіл) або представляє C₁-C₃алкіл, O(C₁-C₄алкіл), O(C₃-C₄алкеніл), O(C₃-C₄алкініл) або S(C₁-C₃алкіл), кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таких як O(C₁-C₃алкіл), S(C₁-C₃алкіл), хлор, бром або ціаногрупа, або максимально можливою кількістю атомів фтору, або означає частину 2-метил-1,3-діоксолан-2-ілу, і коли Q означає N, H, В означає H, F, Cl, Br, I, NO₂, CN, CO₂(C₁-C₄алкіл), NH(C₁-C₃алкіл), N(C₁-C₃алкіл)₂ або означає O(C₁-C₄алкіл), O(C₃-C₄алкеніл), O(C₃-C₄алкініл), C₁-C₃алкіл, S(C₁-C₃алкіл), SO(C₁-C₃алкіл), SO₂(C₁-C₃алкіл), S(C₃-C₄алкеніл), SO(C₃-C₄алкеніл), SO₂(C₃-C₄алкеніл), S(C₃-C₄алкініл), SO(C₃-C₄алкініл) або SO₂(C₃-C₄алкініл), кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таким як O(C₁-C₃алкіл), S(C₁-C₃алкіл), хлор, бром або ціаногрупа, або максимально можливою кількістю атомів фтору, за умови, що А і В одночасно не означають водень, і

D означає H, F, Cl, Br, I, C₁-C₃алкіл, OCH₃, OC₂H₅, CH₂F, CHF₂ або CF₃, або В і D разом означають фрагмент формули O-CH₂-O, необов'язково заміщений одним або декількома атомами фтору або CH₃

12 Сполука згідно з п 11, в якій А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиметоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу, 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу, трифторметоксигрупу, хлор або фтор,

В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметил, метилтіогрупу, метил, трифторметил, трифторметоксигрупу, фтор, хлор або метоксикарбоніл, і

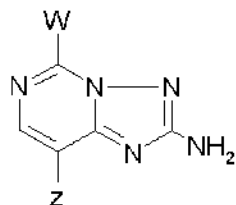
D означає водень, фтор, хлор, бром або метил

13 Сполука згідно з п 12, в якій А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиметоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу або 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу,

В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, трифторметил або метоксикарбоніл, і

D означає водень або метил

14 Сполука 2-аміно[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину формули



в якій

W означає O(C₁-C₃алкіл), Cl, Br, F або H, і

Даний винахід стосується заміщених сполук бензолсульфонамідів та придинсульфонамідів, гербіцидних композицій, які містять ці сполуки, та застосування даних сполук для контролю небажаної рослинності.

Боротьба з небажаною рослинністю засобами хімічних агентів, а саме гербіцидів, є важливим аспектом сучасного сільськогосподарства та землеробства. Тоді як відомий ряд хімічних сполук, які використовуються для контролю небажаної рослинності, існує потреба в нових сполуках, які були б загалом більш ефективними, більш високо-ефективними у застосуванні до специфічних видів рослин, наносили менше шкоди для бажаної рослинності, були більш безпечними для людини та навколишнього середовища, більш економічно вигідними або мали інші переваги.

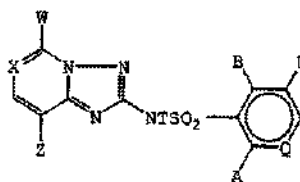
Відомим є ряд сполук заміщеного бензолсульфонамідів, також відомо, що деякі з цих сполук мають гербіцидну активність. Наприклад, деякі сполуки N-([1,2,4]триазоло[1,5-а]піримідин-2-іл)бензолсульфонамідів та їх застосування в якості гербіцидів були описані в патенті США 4638075, а деякі сполуки N-([1,2,4]триазоло[1,3,5]триазин-2-іл)бензолсульфонамідів були описані в патенті США №4685958. Відомими також є деякі сполуки N-феніларилсульфонамідів, які мають гербіцидну активність. Наприклад, деякі сполуки N-(заміщений феніл)[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-сульфонамідів були описані в патенті США №5163995, а деякі сполуки N-(заміщений феніл)[1,2,4]триазоло[1,5-а]пиридин-2-сульфонамідів - в патенті США №5571775, виданому 5 листопада 1996 року.

Нещодавно було виявлено, що клас нових сполук N-(триазолоазиніл)арилсульфонамідів, до складу якого входять N-([1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-іл)бензолсульфонамід, N-([1,2,4]триазоло[1,5-а]піримідин-2-іл)пиридинсульфонамід, N-([1,2,4]триазоло[1,5-а]пиридин-2-іл)бензолсульфонамід та N-([1,2,4]триазоло[1,5-а]пиридин-2-іл)пиридинсульфонамід, є гербіцидами сильної дії для контролю небажаної рослинності як у досходовій, так і в післясходовій обробці. Багато із цих сполук мають бажану селективність відносно основних культур і мають задовільні токсикологічні властивості та властивості, які мають значення для навколишнього середовища.

Винахід включає сполуки N-(триазолоазиніл)арилсульфонамідів формули I

Z означає O(C₁-C₃алкіл), H, F, Cl, Br, I, S(C₁-C₃алкіл) або CH₃, необов'язково заміщений від одного до трьох атомами фтору, за умови, що принаймні один із W або Z означає O(C₁-C₃алкіл).

15 Сполука згідно з п. 14, в якій W означає метоксигрупу, а Z означає метоксигрупу, фтор, хлор або бром.



в якій

X означає N або C-Y,

W означає O(C₁-C₃алкіл), Cl, Br, F або H,

Y означає H, OCH₃, F, Cl, Br, I або CH₃, необов'язково заміщений від одного до трьох атомами фтору,

Z означає O(C₁-C₃алкіл), H, F, Cl, Br, I, S(C₁-C₃алкіл) або CH₃, необов'язково заміщений від одного до трьох атомами фтору, за умови, що принаймні один із W або Z означає O(C₁-C₃алкіл),

Q означає C-H або N,

A означає F, Cl, Br або I або CO₂(C₁-C₄алкіл) або означає C₁-C₃алкіл, O(C₁-C₄алкіл), O(C₃-C₄алкеніл), O(C₃-C₄алкініл) або S(C₁-C₃алкіл), кожен з яких необов'язково заміщений одним із таких замісників, як O(C₁-C₃алкіл), S(C₁-C₃алкіл), хлор, бром або ціаногрупа, або максимально можливою кількістю атомів фтору, або означає 2-метил-1,3-діоксолан-2-ільну частину, і коли Q означає N, H,

B означає H, F, Cl, Br, I, NO₂, CN, CO₂(C₁-C₄алкіл), NH(C₁-C₃алкіл) або N(C₁-C₃алкіл)₂ або означає O(C₁-C₄алкіл), O(C₃-C₄алкеніл), O(C₃-C₄алкініл), C₁-C₃алкіл, S(C₁-C₄алкіл), SO(C₁-C₃алкіл), SO₂(C₁-C₃алкіл), S(C₃-C₄алкеніл), SO(C₃-C₄алкеніл), SO₂(C₃-C₄алкеніл), S(C₃-C₄алкініл), SO(C₃-C₄алкініл) або SO₂(C₃-C₄алкініл), кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таких як O(C₁-C₃алкіл), S(C₁-C₃), хлор, бром або ціаногрупа або максимально можливою кількістю атомів фтору, за умови, що A і B одночасно не означають водень,

D означає H, F, Cl, Br, I, C₁-C₃ алкіл, OCH₃, OC₂H₅, CH₂F, CHF₂ або CF₃, або B і D разом означають фрагмент формули O-CH₂-O, необов'язково заміщений одним або декількома атомами фтору або CH₃.

T означає H, SO₂R, C(O)R, C(O)OR, C(O)NR'₂ або CH₂CH₂C(O)OR,

R означає C₁-C₄ алкіл, C₃-C₄алкеніл або C₃-C₄алкініл, кожен з яких необов'язково містить від одного до двох замісників, таких як хлор, бром, O(C₁-C₄) алкіл або феніл, і від одного до максимального числа фтор-замісників, і R' означає H, C₁-C₄алкіл, C₃-C₄алкеніл або C₃-C₄ алкініл,

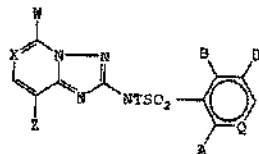
і, коли Т означає водень, солі цих сполук, які є придатними для сільськогосподарського використання

Сполуки, в яких Х означає або N, або C-H, а також сполуки, в яких Q означає або N, або C-H, належать до сполук згідно з винаходом, яким надається перевага. Багато із сполук згідно з винаходом, яким надається перевага, мають метоксигрупу в якості замісника в положенні 5 (W) та метоксигрупу або галоген в якості замісників у положенні 8 (Z) триазолопазинового кільця. Деякі із сполук, яким надається перевага, також мають в якості замісника метоксигрупу в орто-положенні (А або В) в поєднанні з рядом замісників в інших орто-положеннях (А або В) та водень в мета-положенні, метокси-заміщуючу групу в орто-положенні (А) у поєднанні з воднем або метильною заміщуючою групою в мета-положенні, або хлор як замісник (D) при відсутності інших замісників в орто-положенні (В), або трифторметильну заміщуючу групу в орто-положенні (В) в поєднанні з рядом замісників в інших орто-положеннях (А) і водень в мета-положенні.

Винахід також стосується композицій, які містять гербіцидно активні кількості сполук формули I у поєднанні з одним або більше прийнятними для землеробства допоміжними засобами або носіями, а також застосування сполук формули I в якості гербіцидів. Загалом перевага надається застосуванню придатних сполук даного винаходу, з допомогою яких можна досягти або повного контролю за рослинністю, або селективного контролю за бур'янами у пшениці, рисі та рапсі. Можна контролювати як трав'янисті, так і широколисті бур'яни. Загалом перевага надається післясходовому застосуванню сполук до небажаної рослинності.

Сполуки N-(триазолопазиніл)арилсульфонамідів згідно з винаходом загалом можуть бути описані як заміщений N-([1,2,4]триазоло[1,5-с]пиримідин-2-іл)бензолсульфонамід, N-([1,2,4]триазоло[1,5-с]пиримідин-2-іл)пиридин-3-сульфонамід, N-([1,2,4]триазоло[1,5-а]пиридин-2-іл)бензолсульфонамід та N-([1,2,4]триазоло[1,5-а]пиридин-2-іл)пиридин-3-сульфонамід. Вони можуть бути схарактеризовані як заміщені сполуки бензолсульфонамідів та пиридин-3-сульфонамідів, які мають, на атомі амідного азоту, частину заміщеного [1,2,4]триазоло[1,5-с]пиримідин-2-ілу або заміщеного [1,2,4]триазоло[1,5-а]пиридин-2-ілу.

Сполуки згідно з винаходом, які мають гербіцидну активність, включають сполуки N-(триазолопазиніл)арилсульфонамідів загальної формули I.



Такі сполуки, в яких Х означає азот, містять частину заміщеного N-([1,2,4]триазоло[1,5-с]пиримідин-2-ілу), а ті сполуки, в яких Х означає C-Y, містять частину заміщеного N-([1,2,4]триазоло[1,5-а]пиридин-2-ілу). Сполуки, в яких Q означає азот, є сполуками пиридинсульфонамідів, а сполуки, в яких Q означає C-H є сполу-

ками бензолсульфонамідів. Дані сполуки також характеризуються тим, що вони мають в якості замісника C₁-C₃ алкоксигрупу в одному або в обох положеннях 5, 8 (відповідно W і Z) триазолопазинового кільця, і тим, що вони мають принаймні один орто-замісник (А) у фенільному або пиридиновому кільці.

Сполуки за винаходом включають сполуки формули I, в яких Х означає N або C-Y (де Y означає водень, галоген, метоксигрупу або метил, необов'язково заміщений від одного до трьох атомів фтору). Часто перевага надається сполукам, в яких Х означає азот. Однак, іноді надається перевага сполукам, в яких Х означає C-H. Сполуки згідно з винаходом включають сполуки формули I, в яких Q означає азот або C-H. Іноді надається перевага обом варіантам. За ряду умов перевага надається сполукам, в яких Х означає азот, Q означає C-H, але за інших умов перевага надається сполукам, в яких Х, і Q означають азот. З іншого боку, за деяких умов перевага надається сполукам, в яких Х означає C-Y, а Q означає C-H.

Триазолопазинове кільце сполук формули I є принаймні монозаміщеним. До складу сполук згідно з винаходом входять сполуки, в яких W означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, циклопропоксигрупу, фтор, хлор, бром або водень, і в яких Z означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, циклопропоксигрупу, метилтіогрупу, етилтіогрупу, 1-метилетилтіогрупу, циклопропілтіогрупу, водень, фтор, хлор, бром, йод або метил, необов'язково заміщений від одного до трьох атомами фтору, за умови, що принаймні W або Z означають одну із описаних алкоксильних частин. Часто надається перевага сполукам, в яких один із W та Z означають алкоксигрупу, інший означає фтор, хлор, бром, метил, метоксигрупу або етоксигрупу, а Х означає азот або C-H. Таким сполукам, в яких один або обидва W та Z означають метоксигрупу, часто надається перевага. Часто найбільша перевага надається сполукам формули I, в яких W означає метоксигрупу, а Z означає метоксигрупу, хлор або бром. Особливий інтерес іноді становлять сполуки, в яких Х означає азот, так само як і сполуки, в яких Х означає C-H, а Z особливо означає метоксигрупу.

Сполуки формули I, в яких Q означає C-H включають ті сполуки, в яких А означає галоген або (C₁-C₄алкокси)-карбоніл або означає C₁-C₃алкіл, C₁-C₄алкокси, C₃-C₄алкенокси, C₃-C₄алкінокси або C₁-C₃алкілтіо, кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таких як C₁-C₃алкокси, C₁-C₃алкілтіо, хлор, бром або ціаногрупа, або від одного до максимально можливої кількості атомами фтору. А також може означати частину 2-метил-1,3-діоксолан-2-ілу. Коли Q означає азот, сполуки формули I також включають ті сполуки, в яких А означає водень. Часто перевага надається метоксигрупі, етоксигрупі, пропоксигрупі, 1-метилетоксигрупі, метоксиметоксигрупі, 2-фторетоксигрупі, 2-хлоретоксигрупі, 2,2-дифторетоксигрупі, 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупі, трифторметоксигрупі, хлору і фтору. Часто більша перевага надається таким групам, як метоксигрупа, етоксигрупа, пропоксиг-

рупа або 1-метилетоксигрупа, метоксиметоксигрупа, метоксиетоксигрупа, 2-фторетоксигрупа, 2-хлоретоксигрупа, 2,2-дифторетоксигрупа і 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупа. Іноді особливий інтерес становить метоксигрупа.

Сполуки формули I також включають ті сполуки, в яких В означає водень, галоген, нітрогрупу, ціаногрупу, (C₁-C₄алкокси) карбоніл, C₁-C₃алкіламіно або ди (C₁-C₃алкіл)аміно або означає C₁-C₃алкіл, C₁-C₄алкокси, C₃-C₄алкенокси, C₃-C₄алкінокси, C₁-C₃алкілтіо, C₁-C₃алкансульфініл, C₁-C₃алкансульфоніл, C₃-C₄алкенілітіо, C₃-C₄алкенсульфініл, C₃-C₄алкенсульфоніл, C₃-C₄алкілітіо, C₃-C₄алкілсульфініл або C₃-C₄алкілсульфоніл, кожен з яких є необов'язково заміщений одним із замісників, таких як C₁-C₃алкокси, C₁-C₃алкілтіо, хлор, бром або ціаногрупа, або від одного до максимально можливої кількості атомів фтору. Такі сполуки, в яких Q означає азот, і А та В означають водень, тим не менше, не беруться до уваги. Таким чином, якщо Q означає азот або C-H, принаймні один із А та В означає замісник інший, ніж водень. Часто перевага надається таким В-замісникам, як водень, метоксигрупа, етоксигрупа, пропоксигрупа, 1-метилетоксигрупа, метоксиметильна група, метилтіогрупа, метил, трифторметил, трифторметоксигрупа, фтор, хлор та метоксикарбоніл. Коли Q означає C-H, більша перевага звичайно надається водню, метоксигрупі, етоксигрупі, пропоксигрупі, 1-метилетоксигрупі, метоксиметильній групі, трифторметильній групі, фтору, хлору або метоксикарбонілу, а, коли Q означає азот, більша перевага надається водню, метоксигрупі, етоксигрупі, пропоксигрупі, 1-метилетоксигрупі, трифторметильній групі та метоксикарбонільній групі. Незалежно В-замісниками, які становлять особливий інтерес, часто є метоксигрупа та трифторметильна група.

Сполуки згідно з винаходом також включають ті, в яких D означає водень, галоген, метил, етил, 1-метилетил, пропіл, метоксигрупу, етоксигрупу, фторметил, дифторметил або трифторметил. Вони також включають сполуки, в яких В і D разом означають фрагмент метилендіокси, необов'язково заміщений однією або двома групами фтору або метильною групами. Звичайно, перевага надається сполукам, в яких D означає водень, фтор, бром, хлор або метил. Сполукам, в яких D означає водень, хлор або метил, часто надається більша перевага, коли Q означає C-H, тоді як тим сполукам, в яких D означає водень або метил, більша перевага звичайно надається, коли Q означає азот.

Часто надається перевага сполукам формули I, в яких А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу, 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу, трифторметоксигрупу, хлор або фтор, В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметильну групу, метилтіогрупу, метил, трифторметил, трифторметоксигрупу, фтор, хлор або метоксикарбоніл, і D означає водень, фтор, хлор, бром або метил. Часто особливий інтерес становлять такі сполуки, в яких В

означає метоксигрупу, а D означає водень, в яких А означає метоксигрупу, і D означає водень, метил або хлор, і в яких В означає трифторметил, і D означає водень.

Сполукам формули I, в яких Q означає C-H, і один або обидва В і D означають водень, надається особлива перевага. Часто більша перевага надається сполукам, в яких Q означає C-H, і А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу або 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксисетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу або 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу, В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметил, трифторметил, фтор, хлор або метоксикарбоніл, і D означає водень, хлор або метил. Такі сполуки, в яких D означає водень, і або А, або В кожен означає метоксигрупу, або А означає метоксигрупу, а В-трифторметил або метоксикарбоніл, іноді самі по собі становлять інтерес. Іноді перевага надається сполукам, в яких Q означає C-H, і А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу або 1-метилетоксигрупу, В означає водень, а D означає хлор або метил.

Звичайно перевага надається сполукам формули I, в яких Q означає азот, А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксисетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу або 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу, В означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, трифторметил або метоксикарбоніл, і D означає водень або метил. Звичайно, більша перевага надається сполукам, в яких В означає трифторметил, і А означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксисетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу або 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу, D означає водень.

До сполук формули I належать ті, в яких Т означає водень, алкілсульфонільну групу (SO₂R), ацильну групу (C(O)R), алкоксикарбонільну групу (C(O)OR), амінокарбонільну групу (C(O)NR'₂) або 2-(алкоксикарбоніл)етильну групу (CH₂CH₂C(O)OR), в яких R означає C₁-C₄алкіл, C₃-C₄алкеніл або C₃-C₄алкініл, кожен з яких необов'язково має від одного до двох замісників, таких як хлор, бром, C₁-C₄алкокси або феніл, та від одного до максимально можливої кількості фторзамісників, і R' означає водень, C₁-C₃алкіл, C₃-C₄алкеніл або C₃-C₄алкініл. Перевага надається тим сполукам, в яких Т означає водень. Винахід також стосується прийнятих для використання в сільському господарстві солей сполук формули I, в яких Т означає водень.

Сполуки формули I, які містять будь-яку можливу комбінацію замісників, яким надається перевага, більша чи найбільша перевага, які є бажаними і становлять особливий інтерес, далі розглядаються як важливі варіанти реалізації винаходу.

Терміни алкіл, алкеніл та алкініл (включно з їх модифікацією в галодалкіл та алкокси), як вони

використовуються в даному описі, включають прямий, розгалужений ланцюг, а також циклічні групи. Таким чином, типовими алкільними групами є метил, етил, 1-метилетил, пропіл, 1,1-диметилетил та циклопропіл. Часто перевага надається метилу та етилу. Алкільні групи іноді позначаються як нормальні (n), ізо (i) або вторинні (s). Типовий алкіл з максимально можливою кількістю фтор-замісників включає трифторметил, монофторметил, 2,2,2-трифторетил, 2,3-дифторпропіл та подібні, часто перевага надається трифторметилу. Під терміном галоген мають на увазі фтор, хлор, бром та йод.

Терміном «прийнятні для використання у сільському господарстві солі» в даному описі позначаються сполуки, в яких протон кислотного сульфонамідного сполуку формули I заміщений катіоном, який як не має гербіцидної активності відносно хлібних злаків, які піддають обробці, так і не є шкідливим для того, хто здійснює обробку, для навколишнього середовища або кінцевого споживача будь-якої культури, яка зазнала такої обробки. До придатних катіонів, наприклад, відносяться катіони, одержані з лужних або лужно-земельних металів, а також похідні від аміаку та амінів. До катіонів, яким надається перевага, відносяться катіони натрію, калію, магнію та аміну формули $R^6R^7R^8NH^+$.

в якій R^6 , R^7 і R^8 кожен незалежно означає водень або (C_1-C_{12}) алкіл, (C_3-C_{12}) циклоалкіл або (C_3-C_{12}) алкеніл, кожен з яких є необов'язково заміщений однією або декількома гідроксигрупою, (C_1-C_8) алкоксигрупою, (C_1-C_8) алкілтіогрупою або фенільною групою, за умови, що R^6 , R^7 і R^8 є сумісними у просторі. Додатково будь-які два з R^6 , R^7 та R^8 разом можуть означати алифатичну дифункціональну частину, яка містить від 1 до 12 атомів вуглецю і від одного до двох атомів кисню чи сірки. Солі сполук формули I можуть бути одержані шляхом обробки сполук формули I, в яких V означає водень, з допомогою гідроксиду металу, такого як гідроксид натрію, гідроксид калію або гідроксид

магнію, або аміну, такого як аміак, триметиламін, гідроксиетиламін, бісаламін, 2-бутоксietiламін, морфолін, циклододециламін або бензиламін.

Сполуки, наведені у Таблиці 1, є прикладами сполук даного винаходу. Деякими сполуками, яким надається особлива перевага, і які варіюють залежно від виду бур'янів, який підлягає контролю, даної культури (якщо така є), та інших факторів, є наступні сполуки Таблиці 1: 1, 2, 10, 13, 14, 15, 18, 21, 23, 26, 27, 28, 32, 34, 36, 37, 38, 39, 41, 43, 46, 50, 52, 53, 54, 55, 60, 63, 65, 77, 80, 81, 92, 95, 96, 98, 105, 106, 109, 120, 122, 126, 139, 142, 167, 177, 184, 185, 187, 188, 190, 194, 195, 203, 208, 210 та 220. Іноді більша перевага надається наступним сполукам: 2-метокси-6-(трифторметил)-N-(8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 34), 2,6-диметокси-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 36), 2-метокси-6-метоксикарбоніл-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-а]-пиридин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 98), 2-метокси-5-метил-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 105), 5-хлор-2-метокси-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 106) і 2-метокси-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)пиридин-3-сульфонамід (спол 142), 2-(2-фторетокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 167), 2-(2-хлоретокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 203), 2-(2,2-дифторетокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 190) та 2-(1-фторметил-2-фторетокси)-6-(трифторметил)-N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]-пиримидин-2-іл)бензолсульфонамід (спол 187).

ТАБЛИЦЯ 1
СПОЛУКИ СУЛЬФОНАМІДУ



Спол. No.	X	W	Z	T	Q	A	B	D	Форма	Темп. плавл. °C	Елементи аналіз Розрах./Знайдено		
											%C	%H	%N
1	N	OSCH ₃	F	H	C-H	Cl	H	H	білий порошок	184-185	40.3	2.54	19.6
2	N	OSCH ₃	F	H	C-H	F	H	H	білий порошок	226-228	40.4	2.43	19.4
3	N	OSCH ₃	F	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	H	білий порошок	175-177	42.2	2.66	20.5
4	N	OSCH ₃	F	H	C-H	CF ₃	H	H	білий порошок	185-187	42.4	2.43	20.2
5	N	OSCH ₃	F	H	C-H	OSCH ₃	H	H	жовт.-кор. порошок	197-198	44.1	3.17	18.4
6	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	Cl	H	H	біла тв. речовина	211-214	43.9	2.96	18.2
7	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	F	H	H	білий порошок	240-241 (розкл.)	39.9	2.32	17.9
8	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	H	білий порошок	189-191	40.2	2.19	17.7
									жовт.-кор. порошок	197-198	44.2	3.42	19.8
									біла тв. речовина	211-214	43.9	3.67	19.8
									білий порошок	240-241 (розкл.)	42.2	3.27	18.9
									білий порошок	185-187	42.0	3.23	18.4
									білий порошок	240-241 (розкл.)	44.2	3.42	19.8
									білий порошок	189-191	43.7	3.30	19.2
									білий порошок	189-191	45.8	3.84	17.8
									білий порошок	189-191	46.0	3.75	17.0

9	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	CF ₃	H	H	білий порошок	189-191	39.9	3.09	17.9
10	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	H	H	жовт.-кор. порошок	231-233	46.0	4.14	19.2
11	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	CH ₃	H	H	білий порошок	188-191	46.2	4.00	19.0
12	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OCF ₃	H	H	білий порошок	179-181	48.1	4.33	20.1
13	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	H	H	білий порошок	224-226	49.0	4.28	19.3
14	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (n)	H	H	жовт.-кор. порошок	222-224	40.1	2.88	16.7
15	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (i)	H	H	жовт.-кор. порошок	172-174	39.8	2.65	16.7
16	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OCF ₂ CF ₂ H	H	H	білий порошок	155-157	47.5	4.52	18.5
17	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	SCCH ₃	H	H	білий порошок	213-215	47.1	4.67	18.5
18	N	OSCH ₃	I	H	C-H	OSCH ₃	H	H	білий порошок	219-220 (розкл.)	48.9	4.87	17.8
19	N	OSCH ₃	Br	H	C-H	OSCH ₃	H	H	білий порошок	217-219 (розкл.)	48.8	4.93	17.6
20	N	OSCH ₃	H	H	C-H	Cl	Cl	H	жовт.-кор. порошок	225-226	48.9	4.87	17.8
21	N	OSCH ₃	F	H	C-H	Cl	Cl	H	жовт.-кор. порошок	211-212 (розкл.)	48.9	5.09	17.6
22	N	OSCH ₃	F	H	C-H	OSCH ₃	CF ₃	H	жовт.-кор. порошок	220-223	39.9	2.90	15.5
23	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	жовт.-кор. порошок	219-221 (розкл.)	39.8	2.73	15.2
24	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	Cl	CH ₃	H	білий порошок	221-223 (розкл.)	44.1	3.96	18.4
25	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	F	F	H	білий порошок	214-215 (розкл.)	43.8	4.17	18.1
26	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	Cl	H	білий порошок	223-225	33.9	2.62	15.2
27	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	F	H	біла тв. речов.	239-240 (розкл.)	33.9	2.71	14.6
28	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	CF ₃	H	білий порошок	238-240 (розкл.)	37.7	2.92	16.9
29	N	OSCH ₃	OC ₂ H ₅	H	C-H	Cl	Cl	H	білий порошок	217-218	37.8	2.91	17.0
30	N	OSCH ₃	I	H	C-H	Cl	Cl	H	жовт.-кор. порошок	210-212 (розкл.)			
31	N	OSCH ₃	Br	H	C-H	Cl	Cl	H	білий порошок	224-225 (розкл.)	36.7	2.06	17.9
32	N	OSCH ₃	CH ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	білий порошок	218-220	34.8	2.08	17.2
33	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	Cl	Cl	H	білий порошок	214-216 (розкл.)	39.9	2.63	16.6
34	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	OSCH ₃	CF ₃	H	білий порошок	214-215	40.3	2.95	17.0
35	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	жовт.-кор. тв. речов.	239-241	38.6	2.74	17.3
36	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	жовт.-кор. тв. речов.	216-218	38.6	2.81	17.4
37	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	SCCH ₃	H	жовт.-кор. тв. речов.	232-234	43.8	3.68	18.3
38	N	OSCH ₃	Br	H	C-H	OSCH ₃	CF ₃	H	білий порошок	231-233 (розкл.)	43.9	3.75	18.0
39	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	Cl	CF ₃	H	жовт.-кор. тв. речов.	228-230	42.1	3.53	17.5
40	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	Cl	CF ₃	H	жовт.-кор. тв. речов.	228-230	42.0	3.18	17.5

41	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	СН ₃	H	пурпурова та реч	235-237	47.5 47.1	4.52 5.03	18.5 18.4
42	N	ОСН ₃	С1	H	C-H	ОСН ₂ СН ₂ F	CF ₃	H	білий порошок	208-210	38.5 38.6	2.15 2.36	15.0 14.8
43	N	ОСН ₃	С1	H	C-H	ОС ₃ H ₇ (1)	CF ₃	H	жовт-кор порошок (розкл)	210-213	41.3 41.1	3.25 3.57	15.0 14.7
44	N	ОСН ₃	С1	H	C-H	ОС ₂ H ₅	CF ₃	H	білий порошок	212-213	39.9 39.9	2.90 2.88	15.5 15.4
45	N	ОСН ₃	С1	H	C-H	ОС ₃ H ₇ (n)	CF ₃	H	жовтий порошок	182-184	41.3 40.7	3.25 3.25	15.0 14.8
46	N	ОСН ₃	С1	H	C-H	ОСН ₂ CF ₃	CF ₃	H	жовт-кор порошок	202-203	35.6 35.7	1.99 1.94	13.9 13.1
47	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	F	CF ₃	H	жовт-кор та реч	201-203	39.9 39.8	2.63 2.46	16.6 16.3
48	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	3СН ₃	CF ₃	H	біла та реч	127-129	40.1 40.1	3.14 3.11	15.6 15.2
49	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	С1	F	H	сіра та реч	111-113	40.3 40.1	2.86 2.96	18.1 17.9
50	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОС ₂ H ₅	H	рожева та реч (розкл)	233-234	46.9 46.5	4.68 4.87	17.1 15.9
51	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	NO ₂	H	жовт-кор та реч (d)	225-228	41.0 38.8	3.33 3.60	20.5 19.1
52	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОС ₂ H ₅	CF ₃	H	білий порошок (розкл)	232-234	43.0 42.9	3.60 3.51	15.7 15.7
53	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	CO ₂ СН ₃	H	білі голік кристали	215-217	45.4 44.7	4.05 3.96	16.5 16.2
54	N	ОСН ₃	F	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	жовт-кор та реч	219-220	43.9 44.1	3.68 3.92	18.3 18.0
55	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	Br	H	жовт-кор та реч	226-228	37.9 37.8	3.18 3.39	15.8 15.8
56	N	ОСН ₃	С1	H	C-H	ОСН ₃	CO ₂ СН ₃	H	жовт-кор та реч	220-222	42.1 42.1	3.30 3.28	16.4 15.9
57	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	CO ₂ С ₃ H ₇ (1)	H	жовт-кор та реч	228-230	47.9 47.9	4.69 4.89	15.5 15.8
58	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	CO ₂ С ₂ H ₅	H	біла та реч	215-217	46.7 46.2	4.38 3.70	16.0 14.4
59	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОС ₂ H ₅	ОС ₂ H ₅	H	біла та реч (розкл)	211-213	48.2 48.2	5.00 4.87	16.5 16.7
60	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОС ₃ H ₇ (n)	H	біла та реч (розкл)	197-199	48.1 48.6	5.22 4.94	16.5 16.1
61	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	CF ₃	CF ₃	H	коричн та реч (d)	204-206	38.2 38.2	2.35 2.03	14.9 14.7
62	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОС ₂ H ₅	CO ₂ СН ₃	H	біла та реч	200-202 (розкл)			
63	N	ОСН ₃	ОС ₂ H ₅	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	біла та реч	219-221	46.9 47.0	4.68 4.65	17.1 17.1
64	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	С1	CO ₂ СН ₃	H	жовт-кор порошок	>270	42.1 42.2	3.30 3.20	16.4 16.2
65	N	ОСН ₃	I	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	жовт-кор порошок (розкл)	230-232	34.2 34.6	2.87 2.92	14.3 14.2
66	N	ОСН ₃	H	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	жовт-кор та реч	234-236	46.0 46.0	4.14 4.10	19.2 19.2
67	N	ОСН ₃	ОС ₂ H ₅	H	C-H	ОСН ₃	CF ₃	H	біла та реч	222-224	43.0 42.4	3.60 3.60	15.7 15.1
68	N	ОСН ₃	СН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	жовт-кор та реч	224-227	47.5 47.0	4.52 4.87	18.5 16.4
69	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	SO ₂ СН ₃	H	біла та реч	267-269	40.6 41.0	3.86 3.90	15.8 15.5
70	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОС ₃ H ₇ (1)	ОС ₃ H ₇ (1)	H	брудн-біла та реч (розкл)	193-195	50.6 50.7	5.58 5.49	15.5 15.4
71	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОС ₃ H ₇ (n)	ОС ₃ H ₇ (n)	H	персиков та реч (розкл)	158-159	50.6 50.3	5.58 5.51	15.5 15.5
72	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	СН ₂ ОСН ₃	H	жовт-кор та реч	211-213	46.9 46.8	4.68 4.68	17.1 16.9

73	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	CH ₃	H	біла тв реч	188-190	47.2 47.2	4.21 3.95	17.2 17.1
74	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OC ₃ H ₇ (1)	H	біла тв реч	204-205	48.2 47.7	5.00 5.01	16.5 16.3
75	N	OSN ₃	I	H	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	жовт-кор порошок	235-236 (розкл)	31.8 31.6	2.10 2.06	13.2 12.4
76	N	OSN ₃	I	H	C-H	OSN ₃	CO ₂ CH ₃	H	біла тв реч	215-217 (розкл)			
77	N	OSN ₃	Bt	H	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	біла тв реч	229-231 (розкл)	37.9 37.8	3.18 3.30	15.8 15.5
78	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₂ OSN ₃	OSN ₂ OSN ₃	H	жовт-кор тв реч	148-150 (розкл)	44.8 44.3	4.65 4.58	15.4 15.0
79	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	F	CO ₂ CH ₃	H	біла тв реч	209-211	43.8 43.9	3.43 3.43	17.0 16.9
80	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OCF ₃	H	біла тв реч	213-215 (розкл)	40.1 39.9	3.14 3.54	15.6 15.6
81	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OSN ₂ OSN ₃	H	біла тв реч	201-203 (розкл)	45.2 45.3	4.50 4.49	16.5 16.0
82	N	OSN ₃	Cl	H	C-H	OSN ₃	OSN ₂ OSN ₃	H	жовт-кор тв реч	152-155 (розкл)	41.9 41.7	3.75 3.80	16.3 15.7
83	N	OSN ₃	Cl	COCH ₃	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	білий порошок	224-225	40.1 40.1	2.73 2.83	14.6 14.5
84	N	OSN ₃	Cl	SO ₂ CH ₃	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	білий порошок	241-242 (розкл)	34.9 35.4	2.54 2.74	13.6 12.9
85	N	OSN ₃	Cl	CO ₂ C ₂ H ₅	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	білий порошок	230-232 (розкл)	40.1 39.3	2.97 2.99	13.7 13.1
86	C-CH ₃	H	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	біла тв реч	274-276 (розкл)	50.8 50.3	4.79 4.90	14.8 14.9
87	C-H	H	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	біла тв реч	279-281 (розкл)	49.5 49.4	4.43 4.42	15.4 15.3
88	C-H	H	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	св-кор тв реч	257-259 (розкл)	44.8 44.5	3.26 3.27	13.9 14.0
89	C-CH ₃	H	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	брудн- біла тв р	261-263 (розкл)	46.2 46.3	3.63 3.57	13.5 13.5
90	C-H	H	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CO ₂ CH ₃	H	біла тв реч	278-280 (розкл)	49.0 48.8	4.11 4.06	14.3 14.4
91	C-CH ₃	H	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CO ₂ CH ₃	H	біла тв реч	255-257 (розкл)	50.2 50.2	4.46 4.37	13.8 13.6
92	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	пурпурова тв реч	233-235 (розкл)	48.7 48.8	4.60 4.57	14.2 14.2
93	C-H	OSN ₃	Cl	H	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	брудн- біла тв р	248-249 (розкл)	45.2 44.3	3.79 3.58	14.1 13.7
94	C-H	Cl	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	біла тв реч	252-254 (розкл)	45.2 45.2	3.79 3.80	14.1 14.0
95	C-H	Cl	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	біла тв реч	263-264 (розкл)	41.3 41.1	2.77 2.81	12.8 13.0
96	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CF ₃	H	брудн- біла тв р	256-258 (розкл)	44.5 44.5	3.50 3.45	13.0 12.9
97	C-H	Cl	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CO ₂ CH ₃	H	біла тв реч	218-219 (розкл)	45.0 44.9	3.54 3.39	13.1 12.8
98	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	CO ₂ CH ₃	H	брудн- біла тв р	274-276 (розкл)	48.3 48.6	4.30 4.26	13.3 13.1
99	C-H	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	св ж-кор порошок	235-236 (розкл)			
100	C-H	OSN ₃	Cl	H	C-H	Cl	Cl	H	св тв реч	>270	38.3 37.37	2.23 1.99	13.4 14.6
101	C-H	OSN ₃	H	H	C-H	Cl	Cl	H	пурпурова тв реч	242-244 (розкл)	41.8 41.5	2.70 2.58	15.0 14.7
102	C-H	H	OSN ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	біла тв реч	278-280 (розкл)	41.8 41.9	2.70 2.77	15.0 15.2
103	C-CF ₃	H	OSN ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	біла тв реч	247-248 (розкл)	38.1 38.2	2.06 2.05	7.27 7.30
104	C-Cl	H	OSN ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	брудн- біла тв р	266-269 (розкл)			

105	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	CH ₃	білий порошок	217-219 (розкл.)	47.5	4.52	18.5
106	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	Cl	білий порошок	205-207	42.1	3.53	17.5
107	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	OSN ₃	білий порошок	233-235 (розкл.)	45.6	4.33	17.7
108	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	Br	білий порошок	225-227	37.9	3.18	15.8
109	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	Cl	H	Cl	білий порошок	219-221 (розкл.)	38.6	2.74	17.3
110	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	CH ₃	H	F	білий порошок	184-186 (розкл.)	45.8	3.84	19.1
111	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OS ₂ N ₅	H	CH ₃	білий порошок	197-200	48.9	4.87	17.8
112	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	C ₂ H ₅	білий порошок	200-202	48.9	4.87	17.8
113	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	C ₃ H ₇ (1)	білий порошок	199-201	50.1	5.20	17.2
114	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OS ₂ N ₅	H	F	білий порошок	217-219	45.3	4.06	17.6
115	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	CF ₃	білий порошок	215-216	41.6	3.26	16.2
116	N	OSN ₃	OS ₂ N ₅	H	C-H	OSN ₃	H	CH ₃	білий порошок	211-213	48.9	4.87	17.8
117	N	OSN ₃	Br	H	C-H	OSN ₃	H	Cl	рожева тв реч	204-205	34.8	2.47	15.6
118	N	OSN ₃	Br	H	C-H	OSN ₃	H	F	білий порошок	221-223	36.1	2.57	16.2
119	N	OSN ₃	I	H	C-H	OSN ₃	H	Cl	рожевий порошок	223-225	31.5	2.24	14.1
120	N	OSN ₃	Cl	H	C-H	OSN ₃	H	Cl	білий порошок	203-205	3836	2.74	17.3
121	N	OSN ₃	Cl	H	C-H	OSN ₃	H	F	білий порошок	217-219	40.3	2.86	18.1
122	N	OSN ₃	Cl	H	C-H	OSN ₃	H	CH ₃	білий порошок	195-196	39.7	2.54	17.9
123	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	H	F	рожевий порошок	205-207 (розкл.)	43.8	3.68	18.3
124	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	SCN ₃	H	CH ₃	жовт-кор порошок	217-219	45.6	4.33	17.7
125	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	SCN ₃	H	Cl	білий порошок	216-218	46.0	5.12	17.8
126	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	CH ₃	H	CH ₃	білий порошок	218-220	40.4	3.39	16.8
127	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₂ CH ₂ F	H	CH ₃	білий порошок	117-119 (розкл.)	40.5	3.39	16.7
128	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₂ CF ₃	H	CH ₃	білий порошок	202-204	49.6	4.72	19.3
129	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OS ₂ N ₅	H	Cl	білий порошок	233-234 (розкл.)	49.6	4.65	19.0
130	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	F	біла тв реч	196-198	43.0	3.60	15.7
131	N	OSN ₃	I	H	C-H	OSN ₃	H	CH ₃	біла тв реч	230-232 (розкл.)	43.0	3.86	15.5
132	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	жовт-кор тв реч	193-195 (розкл.)	43.5	3.90	16.9
133	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₂ OSN ₃	H	CH ₃	жовт-кор тв реч	163-165 (d)	43.5	4.51	16.5
134	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	OSN ₃	Cl	білий порошок	233-234	43.8	3.43	17.0
135	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	Cl	CH ₃	Cl	білий порошок	180-182	43.9	3.54	17.0
136	N	OSN ₃	OSN ₃	H	C-H	OSN ₃	Cl	Cl	білий порошок	227-228	38.3	3.50	15.4

137	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	CO ₂ CH ₃	Cl	білий порошок	236-238 (розкл.)	42.0	3.52	15.3
138	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	CH ₃	жовт-кор тв реч	228-230 (розкл.)	46.9	4.68	17.1
139	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	F	CH ₃	жовт-кор тв реч	205-208 (розкл.)	45.3	4.06	17.6
140	N	ОСН ₃	Cl	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	CH ₃	жовт-кор тв реч	223-225 (розкл.)	43.5	3.90	16.9
141	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	N	ОСН ₃	H	H	жовт-кор порошок	242-244 (розкл.)	42.6	3.85	22.9
142	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	N	ОСН ₃	CF ₃	H	білий порошок	214-216 (розкл.)	42.6	3.82	21.6
143	C-H	H	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	H	H	св ж-кор порошок	249-250 (розкл.)	50.3	4.22	16.8
144	C-H	ОСН ₃	H	H	C-H	ОСН ₃	H	H	бруд-білий порошок	249-250 (розкл.)	50.4	4.10	16.8
145	C-H	OC ₂ H ₅	H	H	C-H	ОСН ₃	H	H	св ж-кор порошок	250-251 (розкл.)	51.7	4.63	16.1
146	N	ОСН ₃	Cl	H	C-H	ОСН ₃	F	CH ₃	жовт-кор тв реч	196-198 (розкл.)	41.9	3.26	17.4
147	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	F	ОСН ₃	CH ₃	св-черв тв реч	165-168 (розкл.)	45.3	4.06	17.6
148	N	ОСН ₃	Cl	H	C-H	F	ОСН ₃	CH ₃	жовт-кор тв реч	176-178 (розкл.)	41.9	3.26	17.4
149	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	CF ₃	ОСН ₃	CH ₃	жовт-кор тв реч	183-185 (розкл.)	41.5	3.27	17.3
150	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₂ CH ₂ -ОСН ₃	H	біла тв реч	173-175 (розкл.)	46.5	4.82	15.9
151	N	ОСН ₃	Cl	H	C-H	ОСН ₃	CH ₂ OC ₃ H ₇ (1)	H	біла тв реч	224-226 (розкл.)	46.2	4.56	15.9


152	N	ОСН ₃	SCN ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	жовт-кор тв реч	207-209 (розкл.)	37.2	2.64	16.7
153	N	ОСН ₃	SCN ₃	H	C-H	ОСН ₃	CF ₃	H	жовт-кор тв реч	215-217 (розкл.)	40.1	3.14	15.5
154	N	ОСН ₃	Cl	H	C-H	OCF ₃	H	CH ₃	жовт-кор тв реч	182-184 (розкл.)	40.0	3.18	15.4
155	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	N	ОСН ₃	Cl	H	білий порошок	227-228 (розкл.)	38.4	2.53	15.0
156	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	жовт-кор порошок	223-225 (розкл.)	39.1	2.39	15.6
157	C-H	OC ₂ H ₅	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	біла тв реч	241-243 (розкл.)	42.4	4.07	21.2
158	C-H	Cl	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	Cl	H	біла тв реч	264-266 (розкл.)	41.8	3.96	20.5
159	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	Cl	H	біла тв реч	241-243 (розкл.)	50.0	4.94	13.7
160	C-H	Cl	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	H	CH ₃	біла тв реч	246-248 (розкл.)	49.9	4.80	13.6
161	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	H	CH ₃	біла тв реч	246-248 (розкл.)	41.7	3.00	13.9
162	C-H	Cl	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	H	Cl	біла тв реч	246-248 (розкл.)	45.2	3.79	14.1
163	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	H	Cl	біла тв реч	246-248 (розкл.)	45.3	3.69	14.0
164	C-H	Br	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	біла тв реч	245-247 (розкл.)	47.1	3.95	14.6
165	C-Cl	H	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₃	ОСН ₃	H	біла тв реч	258-260 (розкл.)	47.0	3.93	14.4
166	N	ОСН ₃	Cl	H	C-H	ОСН ₃	Cl	Cl	жовт-кор порошок	217-219 (розкл.)	50.8	4.79	14.8
167	N	ОСН ₃	ОСН ₃	H	C-H	ОСН ₂ CH ₂ F	CF ₃	H	білий порошок	233-235 (розкл.)	49.9	4.48	14.2

168	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ OSCH ₃	CF ₃	H	біла тв реч	181-183 (розкл.)	41.5	3.48	15.1
169	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	біла тв реч	224-226	41.6	3.42	15.0
170	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	бруд-біла тв реч	174-176	44.7	3.75	12.3
171	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	OSCH ₂ OSCH ₃	H	CH ₃	бруд-біла тв реч	199-201	44.5	3.68	12.3
172	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	N	OSCH ₃	CF ₃	H	біла тв реч	226-227	43.8	3.43	17.0
173	N	OSCH ₃	Cl	H	N	OSCH ₃	CF ₃	H	білий порошок	238-240	43.5	3.33	16.8
174	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	N	Cl	OSCH ₃	H	білий порошок	228-229 (d)	43.2	3.87	16.7
175	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	CO ₂ C ₂ H ₅	H	жовт-кор тв реч	204-206 (розкл.)	41.6	3.26	16.2
176	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₄ H ₉ (1)	OC ₄ H ₉ (1)	H	жовт-кор тв реч	145-147	41.7	3.24	15.9
177	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (n)	CF ₃	H	біла тв реч	202-204	35.7	2.07	19.2
178	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	OSCH ₃	Cl	H	жовт-кор порошок	>250	35.9	2.22	19.2
179	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₂ H ₅	H	CH ₃	жовт-кор порошок	214-216	39.0	3.26	21.0
180	C-H	Br	OSCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H	біла тв реч	244-246	38.8	3.13	21.7
181	C-OSCH ₃	H	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	білий порошок	274-276	49.5	4.62	12.8
182	N	OSCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₃ H ₇ (i)	OC ₃ H ₇ (i)	H	жовт-кор тв реч	174-176	49.3	4.53	12.6
183	C-H	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H	пурпурова тв реч	243-245	52.6	6.10	14.6

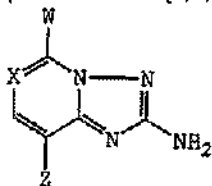
184	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ CH ₂ - OSCH ₃	CF ₃	H	бруд-біла тв реч	233-235	52.5	6.08	14.4
185	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ CF ₃	CF ₃	H	біла тв реч	211-213	44.3	3.93	15.2
186	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ CN	CF ₃	H	бруд-біла тв реч	211-213	44.2	3.93	15.0
187	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH- (CH ₂ CF ₃) ₂	CF ₃	H	біла тв реч	229-231	45.5	4.24	14.7
188	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ - OC ₂ H ₅	CF ₃	H	біла тв реч	152-157	45.2	4.27	14.6
189	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ - CF ₂ CF ₃	CF ₃	H	біла тв реч	209-211	45.6	4.33	17.7
190	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ CHF ₂	CF ₃	H	жовт-кор тв реч	223-224	45.2	4.20	16.9
191	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ CH ₂ F	H	F	біла тв реч	195-199	45.3	4.06	17.6
192	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ OSCH ₃	H	F	бруд-біла тв реч	155-165	44.4	3.93	17.2
193	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ OSCH ₃	H	Cl	бруд-біла тв реч	185-190	41.6	3.26	16.2
194	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (1)	CF ₃	H	жовт-кор тв реч	232-234	41.9	3.72	16.3
195	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OC ₄ H ₉ (n)	CF ₃	H	біла тв реч	185-187	41.9	3.70	15.9
196	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ OSCH ₃	H	H	жовт-кор тв реч	167-169	44.3	3.93	15.2
197	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ CH ₂ F	H	H	біла тв реч	203-205	44.2	3.93	15.0
198	N	OSCH ₃	OSCH ₃	H	C-H	OSCH ₂ CF ₃	H	H	біла тв реч	209-211	45.5	4.24	14.7

199	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₄ H ₉ (1)	CF ₃	H	жовт-кор та реч	217-219	45.4	4.24	14.7
200	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CF ₃	OCH ₂ O		біла та реч	193-195	40.3	2.70	15.7
201	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH-(CH ₂ F) ₂	H	H	біла та реч	203-204	44.8	3.99	16.3
202	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₄ H ₉ (8)	CF ₃	H	жовт-кор та реч	186-188	45.5	4.24	14.7
203	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ -CH ₂ Cl	CF ₃	H	бруд-біла та реч	230-231	39.9	3.14	14.5
204	N	OCH ₃	CH ₃	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	білий порошок	135-137	43.2	3.38	16.8
205	N	OCH ₃	Br	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	білий порошок	197-199	35.2	2.56	13.7
206	N	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	білий порошок	175-176	41.3	3.90	15.0
207	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	біла та реч	181-183 (розкл)	41.5	3.48	15.1
208	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OC ₂ H ₅	CF ₃	H	бруд-біла та реч	211-213	40.2	3.37	18.7
209	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H	жовт-кор та реч	226-228	38.6	3.03	18.0
210	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₂ -CH=CH ₂	CF ₃	H	біла та реч	166-168	41.7	3.28	18.3
211	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OC ₃ H ₇ (1)	CF ₃	H	біла та реч	219-221	41.6	3.71	18.2
212	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	H	CH ₃	білий порошок	141-142	44.2	4.24	22.1
213	N	OCH ₃	Br	H	N	OCH ₃	CF ₃	H	жовт-кор порошок	235-237 (розкл)	32.3	2.06	17.4

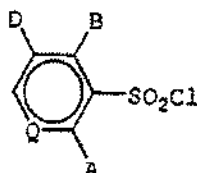
214	C-H	Br	OCH ₃	H	N	OCH ₃	CF ₃	H	біла та реч	241-243	34.9	2.30	14.5
215	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	CO ₂ CH ₃	H	жовта та реч	197-198	49.5	4.62	12.8
216	N	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	C-H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	жовт-кор порошок	230-231	39.3	3.91	14.3
217	C-H	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	C-H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	жовт-кор порошок	248-249 (розкл)	40.3	3.76	13.3
218	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	F	CF ₃	H	жовт-кор та реч	191-193	36.7	1.89	16.5
219	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	св ж-кор та реч	161-163 (розкл)	38.5	2.80	15.9
220	N	OCH ₃	OCH ₃	COCH ₃	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H	жовт-кор порошок	217-220	42.6	3.38	15.0
221	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	CF ₃	H			42.2	3.33	13.6
222	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCF ₃	CF ₃	H					
223	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Br	CF ₃	H					
224	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ -CH=CH ₂	CF ₃	H					
225	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ SCCH ₃	CF ₃	H					
226	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	H					
227	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (1)	CH ₂ CF ₃	H					
228	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCF ₂ OCH ₃	H					
229	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	O(CH ₂) ₃ F	CF ₃	H					
230	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CO ₂ CH ₃	H					
231	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCF ₃	OCH ₂ CH ₂ F	H					
232	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCF ₃	OCH-(CH ₂ F) ₂	H					

233	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH-(CH ₂ Cl) ₂	CF ₃	H					
234	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ -CHCl ₂	CF ₃	H					
235	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H		CF ₃	H					
236	N	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H					
237	N	OCH ₃	OCH ₃	COCH ₃	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H					
238	N	OCH ₃	OCH ₃	CH ₂ CH ₂ -CO ₂ CH ₃	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H					
239	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	H	Cl					
240	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CF ₃	H	Cl					
241	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₂ F					
242	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	Cl					
243	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	CF ₃	OCH ₃					
244	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	CF ₃	OCH ₃	H					
245	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H					
246	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	H	Cl					
247	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H					
248	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CH ₂ F	H					
249	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	SCF ₃	H					

Сполуки формули I, в якій Т означає водень, можуть бути одержані шляхом реакції заміщеного 2-аміно[1,2,4]-триазаолазину формули II

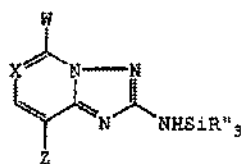


з бензолсульфонілхлоридом або піридин-3-сульфонілхлоридом формули III



в якій А, В, D, Q, W, X та Z мають значення, вказані для сполук формули I. Реакція може проводитися шляхом об'єднання приблизно рівних молярних кількостей двох сполук у полярному, апротичному розчиннику, такому як ацетонітрил, та додавання піридину і каталітичної кількості (від 5 до 25 молярних відсотків сульфонілхлориду) диметилсульфоксиду при кімнатній температурі. Для завершення реакції при необхідності додатково додають сульфонілхлорид, піридин і диметилсульфоксид. До повного завершення реакції потрібно від декількох годин до декількох днів. Використовують засоби для видалення вологи, такі як шар азоту. Одержані сполуки формули I, які є твердими речовинами, слабкорозчинними у багатьох загальноживаних органічних розчинниках і воді, можуть бути виділені відомими способами.

Реакція конденсації сульфонілхлориду формули III та 2-аміно[1,2,4]-триазаолазину формули II може здійснюватися переважно шляхом першого перетворення 2-аміно[1,2,4]-триазаолазину формули II у похідну N-триалкілсилілу формули IV



в якій W, X і Z мають значення визначені для сполук формули I, а R' означає C₁-C₄алкіл. Типовими є похідні N-триметилсилілу та N-триетилсилілу. Даний спосіб належить до способів, описаних в патентах США №4,910,306 та 4,666,501, але відрізняється від них тим, що він, як правило, потребує використання фтористого іонного полегшувача реакції.

Перетворення 2-аміно[1,2,4]-триазаолазину формули II у похідну N-триалкілсилілу формули IV може проводитися шляхом приготування суміші хлортриалкілсилану з йодидом натрію або калію у розчиннику, такому як ацетонітрил, в умовах відсутності води з наступним додаванням 2-аміно[1,2,4]-триазаолазину та триалкіламіну, такого як триетиламін, звичайно при температурі навколишнього середовища при збовтуванні. Звичайно використовуються приблизно еквімолярні кількості хлортриалкілсилану і 2-аміно[1,2,4]-триазаолазину.

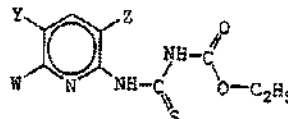
Проведення реакції займає від декількох годин до дня залежно від особливостей використовуваних сполук триалкіламіну та 2-аміно[1,2,4]-триазаолазину. Одержані похідні N-триалкілсилілу можуть бути виділені шляхом розведення кінцевої суміші неполярним розчинником, таким як простий ефір або 1,2-дихлоретан, видаляючи нерозчинні солі відфільтровуванням, а леткі компоненти - випаровуванням під зниженим тиском. Сполуки формули IV є нестійкими у присутності води і мають зберігатися у сухому місці.

Одержані похідні 2-(триалкілсиліламіно)[1,2,4]-триазаолазину формули IV можуть бути конденсовані з наступним очищенням або без нього з допомогою сполуки сульфонілхлориду формули III, як описано вище або іншими способами. Реакцію конденсації звичайно проводять у розчиннику, такому як ацетонітрил, у присутності приблизно еквімолярної кількості піридину або метилпіридинової основи, приблизно еквімолярної кількості фтористого іонного полегшувача реакції, такого як фторид цезію або фторид тетраалкіламонію, а також каталітичної кількості (від 3 до 20 відсотків сульфонілхлориду) диметилсульфоксиду. Реакція конденсації, яку звичайно проводять при температурах від 10° до 60°C в безводних умовах при збовтуванні, загалом завершується через 2-18 годин. Одержані сполуки VI-(триазаолазинш) арилсульфонамідів формули I можуть бути виділені відомими способами, такими як відфільтровування з метою збирання твердих продуктів та екстрагування одержаних твердих продуктів з метою видалення розчинних у воді солей і/або розчинних органічних компонентів.

Сполуки N-(триазаолазиніл)арилсульфонамідів формули I, в якій Т має значення інше, ніж водень, можуть бути одержані з відповідних сполук формули I, в якій Т означає водень, шляхом ацилювання при реакційних умовах, відомих фахівцям у даній галузі для подібних реакцій ацилювання сульфонамідів. Придатними ацилюючими агентами є сполуки алканолхлориду, такі як пропіонілхлорид або трифторацетилхлорид, складні ефіри хлормурашиної кислоти, такі як 2-метоксиетилхлороформат, сполуки карбамоілхлориду, такі як N,N'-діалілкарбамоілхлорид, та алкілізоціанати, такі як 2-хлоретилізоціанат.

Сполуки формули I, в якій W означає хлор, можуть бути перетворені у відповідні сполуки формули I, в яких W означає фтор, бром, йод, O(C₁-C₃алкіл) або S(C₁-C₃алкіл) шляхом введення у взаємодію з відповідним нуклеофілом з використанням основних методів таких заміщень, відомих в даній галузі техніки. Хлор-замісники у положенні 5 (X) загалом заміщуються легше, ніж хлор-замісники у положенні 6 (Y) або положенні 8 (Z) і можуть заміщуватися селективно.

Багато із сполук 2-аміно[1,2,4]-триазаоло[1,5-a]піридину формули II (X означає C-Y) можуть бути одержані шляхом реакції відповідно заміщеного N-(2-піридиніл)-N'-карбоетокситоккарбамідів формули

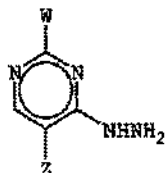


з гідроксиламіном Реакція звичайно проводиться у розчиннику, такому як етанол, і потребує нагрівання протягом декількох годин Гідроксиламін звичайно генерують шляхом нейтралізації гідрохлориду невеликим третинним аміном, таким як діізопропілетиламін або алкоксидом лужного металу, таким як етоксид натрію Бажані сполуки формули II можуть бути виділені відомими способами, такими як видалення летких компонентів з реакційної суміші випаровуванням, і можуть очищуватися відомими способами, такими як екстрагування водою і/або іншими розчинниками, в яких вони слабо розчиняються Вихідні сполуки N-(2-піридиніл)-N'-карбоетоксикарбаміду для цього способу можуть бути одержані шляхом взаємодії відповідним чином заміщеного 2-амінопіридину з етоксикарбонілізотіоціанатом Реакцію звичайно проводять в інертному органічному розчиннику при температурах навколишнього середовища Повністю спосіб описано в патенті США 5, 571,775

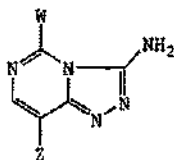
Вихідні сполуки заміщеного 2-амінопіридину для вищеописаного способу відомі в даній галузі або можуть бути одержані способами, описаними в даному описі або основними способами відомими в даній галузі техніки

Сполуки формули II, в яких X означає C-Y можуть бути також одержані з належним чином заміщеного 2-ціаноамінопіридину з допомогою способу, описаного Б Верцеком та ін (B Vercsek та ін в Monatshefte für Chemie, 114, 789-798 (1983)) Додаткові способи одержання таких сполук були описані К Т Поттсом та ін (K T Potts та ін в Journal of Organic Chemistry, 31, 265-273 (1966))

Сполуки формули I, в яких X означає N (2-аміно-[1,2,4]триазоло [1,5-c]піримідин), можуть бути одержані з 4-гідразинпіримідину формули



в якій W означає метилтіогрупу, водень або хлор, а Z означає водень, галоген, алкоксигрупу або алкілтіогрупу Сполуку гідразинпіримідину спочатку піддають взаємодії з ціаногенбромідом з метою одержання бромгідрату 3-аміно-8-заміщеного-5-заміщеного[1,2,4]триазол-[4,3-c]піримідину формули

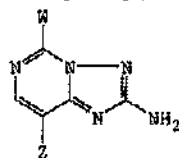


в якій W означає метилтіогрупу, водень або хлор, а Z означає водень, галоген, алкоксигрупу або алкілтіогрупу Реакцію звичайно проводять в органічному розчиннику, такому як ізопропіловий спирт, при температурі навколишнього середовища Продукти можуть бути виділені відомими способами, такими як додавання неполярного розчинника, наприклад діетилового ефіру, та збирання твердої речовини, яка утворюється з

допомогою відфільтровування Вищевказані проміжні сполуки, в яких W означає метилтіогрупу, можуть бути перетворені у бажані сполуки формули II, в яких W означає алкоксигрупу, шляхом взаємодії з алкоголятом лужного металу, таким як метилат натрію або етилат калію, а також етилакрилат у відповідному спирті, який використовується в якості розчинника Сполука перегрупується, і метилтіогрупа заміщується алкоксигрупою, похідною зі спирту середовища Реакція звичайно проводиться при температурах нижче 25° Бажані сполуки формули II можуть бути виділені з допомогою нейтралізації оцтовою кислотою та збиранням твердих речовин, які утворюються, відфільтровуванням або іншими відомими способами Сполуки формули II, в яких X означає азот, а W означає водень або хлор, можуть бути одержані з відповідних [4,3-c] проміжних сполук, в яких W означає водень, або хлор, ізомеризацією триапіламіновою основою Вихідні сполуки 4-гідразинпіримідину для цих методів можуть бути одержані з відповідних сполук 4-хлорпіримідину, які добре відомі в даній галузі техніки, шляхом реакції з гідразинном

Інші способи одержання сполук формули II, в яких X означає азот, описані G W Miller та ін, J Chemical Society, 1965, стор 3357 і 1963, стор 5642

Сполуки формули II, в яких X означає азот є ще одним варіантом втілення даного винаходу Таким чином, винахід включає сполуки 2-аміно[1,2,4]триазоло [1,5-c]піримідину формули

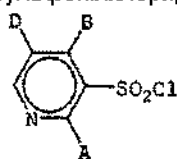


в якій W означає O(C₁-C₃алкіл), хлор, бром, фтор або водень, а Z означає O(C₁-C₃алкіл), водень, фтор, хлор, бром, йод, S(C₁-C₃алкіл) або CH₃, необов'язково заміщений від одного до трьох атомами фтору, за умови, що принаймні один із W і Z означає O(C₁-C₃алкіл) Часто надається перевага сполукам цього типу, в яких один із W або Z означає метоксигрупу, а інший означає фтор, хлор, бром, метил, метоксигрупу або етоксигрупу, а більша перевага часто надається таким сполукам, в яких W означає метоксигрупу, а Z означає метоксигрупу, фтор, хлор або бром

Вихідні сполуки заміщеного бензолсульфонілхлориду та піридинсульфонілхлориду формули III можуть бути одержані з використанням способів, описаних у даному описі, або загальних чи спеціальних способів, відомих у даній галузі Багато із сполук, таких як 2-метокси-6-(трифторметил)бензолсульфонілхлорид та 2-метокси-4-(трифторметил)-3-піридинсульфонілхлорид, можуть бути одержані літванням відповідної сполуки бензолу або піридину (наприклад, 3-(трифторметил)анізол або 2-метокси-4-(трифторметил)піридину) бутилпітєм, реакцією одержаної сполуки феніл або піридиніліт з дипропілдісульфідом та наступним хлорюванням одержаної в результаті сполуки пропілтію У всіх цих реакціях для даного способу було

застосовано загальновідомі умови. Багато із сполук пропілу, бензилтіобензолу та придину також можуть бути одержані алкілюванням відповідної сполуки тіофенолу або 3-придинтіолу з використанням стандартних методів та наступним хлорюванням. Сполуки фенілу та придинілітію, такі як похідні від 1,3-диметоксibenзолу, можуть бути перетворені безпосередньо у відповідні бажані сполуки сульфонілхлориду шляхом реакції з діоксидом сірки та хлориду сірки в присутності N,N,N',N'-тетраметилетилендіаміну. Інші необхідні сполуки сульфонілхлориду, такі як 2-(1,1,2,2-тетрафторетокси)бензолсульфонілхлорид, можуть бути одержані діазотизацією відповідних сполук аніліну або 3-амінопридину в присутності діоксиду сірки, хлориду міді та концентрованої водної хлорводневої кислоти. Сполуки бензолсульфонілхлориду, такі як 2-метокси-5-метилбензолсульфонілхлорид, можуть бути одержані безпосереднім хлорсульфонуванням відповідних сполук бензолу. Сполуки 3-алкілтіопридину, які в положенні 2 і/або 4 мають хлор в якості замісника, з метою одержання інших сполук придин-3-сульфонілхлориду можуть бути перетворені у відповідні сполуки, які в якості замісників мають галоген або алкоксигрупу, відомими способами нуклеофільного заміщення перед хлорюванням.

Ще одним варіантом втілення даного винаходу є сполуки формули III, в якій Q означає азот, включно із заміщеними сполуками придин-3-сульфонілхлориду формули



в якій A означає водень, фтор, хлор, бром або йод, або $\text{CO}_2(\text{C}_1\text{-C}_4\text{алкіл})$ або означає $\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл}$, $\text{O}(\text{C}_1\text{-C}_4\text{алкіл})$, $\text{O}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкеніл})$, $\text{O}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкініл})$, або $\text{S}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таким як $\text{O}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, $\text{S}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, хлор, бром або ціаногрупа, або від одного до максимально можливої кількості атомів фтору, або означає частину 2-метил-1,3-діоксолан-2-ілу, B означає водень, фтор, хлор, бром, йод, NO_2 , CN , $\text{CO}_2(\text{C}_1\text{-C}_4\text{алкіл})$, $\text{NH}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$ або $\text{N}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})_2$ або означає $\text{O}(\text{C}_1\text{-C}_4\text{алкіл})$, $\text{O}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкеніл})$, $\text{O}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкініл})$, $\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл}$, $\text{S}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, $\text{SO}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, $\text{SO}_2(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, $\text{S}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкеніл})$, $\text{SO}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкеніл})$, $\text{SO}_2(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкеніл})$, $\text{S}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкініл})$, $\text{SO}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкініл})$ або $\text{SO}_2(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкініл})$, кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таким як $\text{O}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, $\text{S}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, хлор, бром або ціаногрупа, або максимально можливою кількістю атомів фтору, за умови, що принаймні один із A та B означає $\text{O}(\text{C}_1\text{-C}_4\text{алкіл})$, $\text{O}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкеніл})$ або $\text{O}(\text{C}_3\text{-C}_4\text{алкініл})$, кожен з яких необов'язково заміщений одним із замісників, таким як $\text{O}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, $\text{S}(\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл})$, хлор або бром, або максимально можливою кількістю атомів фтору, за умови, що A і B одночасно не означають водень, а D означає водень, фтор, хлор, бром, йод, $\text{C}_1\text{-C}_3\text{алкіл}$, OCH_3 , OC_2H_5 або CF_3 , або B і D разом означають фрагмент формули $\text{O-CH}_2\text{-O}$, необов'язково заміщений

одним або двома атомами фтору або CH_3 . Звичайно перевага надається сполукам придин-3-сульфонілхлориду формули III, в яких A означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу, 1-(фторметил)-2-фторетоксигрупу, трифторметоксигрупу, хлор або фтор, B означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметил, метилтіогрупу, метил, трифторметил, трифторметоксигрупу, фтор, хлор або метоксикарбоніл, а D означає водень, фтор, хлор, бром або метил. Часто більша перевага надається сполукам, в яких B означає метоксигрупу, і D означає водень, в яких A означає метоксигрупу, і D означає водень, метил або хлор, або в яких B означає трифторметил, а D означає водень. Звичайно, найбільша перевага надається тим сполукам формули III, в яких Q означає азот, і A означає метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, метоксиметоксигрупу, метоксиетоксигрупу, 2-фторетоксигрупу, 2-хлоретоксигрупу, 2,2-дифторетоксигрупу або групу 1-(фторметил)-2-фторетокси, B означає водень, метоксигрупу, етоксигрупу, пропоксигрупу, 1-метилетоксигрупу, трифторметил або метоксикарбоніл, а D означає водень або метил.

Незважаючи на те, що сполуки N-(триазолазиніл)-арилсульфонамідів формули I можна використовувати безпосередньо в якості гербіцидів, бажано використовувати їх у сумішах, які містять гербіцидно ефективну кількість даної сполуки разом із принаймні однією прийнятною для сільськогосподарського застосування допоміжною речовиною або носієм. Придатні допоміжні речовини або носії не повинні бути фототоксичними відносно важливих сільськогосподарських культур, зокрема, у концентраціях, використовуваних для нанесення композицій для селективного контролю за бур'янами у присутності сільськогосподарських культур, і не повинні вступати в хімічну взаємодію із сполуками формули I або іншими складовими суміші. Такі суміші можуть бути приготовані для прямого застосування до бур'янів чи їх локусу, або можуть становити концентрати або композиції, які перед застосуванням, звичайно, розводяться додатковими носіями або допоміжними речовинами. Вони можуть застосовуватися у вигляді твердих речовин, таких як, наприклад, порошки, гранули, вододисперсійні гранули або змочувані порошки, або рідин, таких як, наприклад, емульговані концентрати, розчини, емульсії або суспензії.

Придатні для застосування у сільському господарстві допоміжні речовини та носії, які використовуються для приготування гербіцидних сумішей згідно з винаходом, є добре відомими фахівцям у даній галузі.

До використовуваних рідких носіїв належать вода, толуол, ксилол, лігроїн, рослинне масло, ацетон, метилетіловий кетон, циклогексанон, трихлоретилен, перхлоретилен, етилацетат, амілацетат, бутилацетат, простий пропіленглікольмонометіловий ефір та простий діетилентрікольмонометіловий ефір, метанол, етанол, ізопропанол, аміловий спирт, етиленглі-

коль, пропіленгліколь, гліцерин, N-метил-2-піролідинон та подібні. Вода звичайно є альтернативним носієм для розведення концентратів.

До придатних твердих носіїв належать тальк, пірофілтоваглина, двоокис кремнію, атапульгіт, кизельгур, крейда, діатомова земля, вапно, карбонат кальцію, бентоніт, фулерова земля, шкаралупа насіння бавовни, пшеничне борошно, соєве борошно, пемза, деревне борошно, борошно із шкаралупи грецького горіха, лігнін та подібні.

Часто бажано буває вводити у композиції згідно з винаходом один або два поверхнево-активних агенти. Такі поверхнево-активні агенти переважно використовуються як у твердих, так і в рідких композиціях, особливо в таких, які перед застосуванням передбачається розводити носієм. Поверхнево-активні агенти можуть за своїми характеристиками бути аніонними, катіонними або неіонними і можуть використовуватися як емульгуючі агенти, зволожуючі агенти, суспензуючі агенти або з іншою метою. До типових поверхнево-активних агентів належать алкілсульфати, такі як діетаноламонійлаурилсульфат, алкіларилсульфонати, такі як додецилбензолсульфонат кальцію, продукти приєднання оксиду алкілфенолалкілену, такі як нонілфенол- C_{18} -етоксилат, продукти приєднання алкіленспіртооксиду, такі як тридецил алкогіль- C_{16} -етоксилат, мила, такі як стеарат натрію, алкілнафталінсульфонати, такі як дибутилнафталінсульфонат натрію, складні діалкілові ефіри сульфосукцинатів, таких як ди (2-етилгексил)сульфосукцинат натрію, складні сорбітолові ефіри, такі як сорбітол олеат, четвертинні аміни, такі як лаурилтриметиламонійхлорид, складні поліетиленгліколові ефіри жирних кислот, такі як стеарат поліетиленгліколю, блок-співполімери оксиду етилену та оксиду пропілену, а також солі моно- та діалкілфосфатних ефірів.

Інші загально використовувані у сільськогосподарських композиціях допоміжні речовини включають суміщуючі агенти, протиспіювальні агенти, ізолюючі агенти, нейтралізуючі агенти та буфери, інгібітори корозії, барвники, одоранти, змащуючі агенти, допоміжні речовини, які сприяють проникненню, склеювальні агенти, дисперсійні агенти, згущувачі, знижувачі точки замерзання, протимікробні агенти та подібні. Композиції можуть також містити інші сумісні компоненти, наприклад, інші гербіциди, гербіцидні запобіжники, регулятори росту рослин, фунгіциди, інсектициди та подібні, та можуть бути поєднані з рідкими або твердими добривами, сипкими носіями для добрив, такими як амонійнітрат, сечовина та подібні.

Концентрація активних інгредієнтів в гербіцидних композиціях згідно з винаходом загалом становить приблизно від 0,001 до приблизно 98 вагових відсотків. Часто використовуються концентрації приблизно від 0,01 до приблизно 90 вагових відсотків. У композиціях, які передбачається використовувати у вигляді концентратів, активний інгредієнт, в основному, присутній в концентрації від приблизно 5 до приблизно 98 вагових відсотків, переважно від приблизно 10 до приблизно 90 вагових відсотків. Такі композиції, як правило, перед застосуванням розводяться інертним носієм, таким як вода. Розведені композиції, які

звичайно застосовуються до бур'янів або локусу бур'янів, загалом містять від приблизно 0,001 до приблизно 5 вагових відсотків активного інгредієнта і переважно містять від приблизно 0,01 до приблизно 0,5 ваг відсотків активного інгредієнта.

Дані композиції можуть застосовуватися до бур'янів або їхнього локусу шляхом використання наземних та надземних пристроїв для розсипання, розпилювачів та аплікаторів для гранул, з додаванням води для зрошування та іншими відомими фахівцям в даній галузі способами.

Було виявлено, що сполуки формули I є корисними як гербіциди досходового (включно із стадією проростання) та післясходового застосування. Загалом перевага надається післясходовій обробці. Сполуки є ефективними для контролю як широколистяних, так і трав'янистих бур'янів. Тоді як будь-яка із сполук N-(триазолоазиніл)арилсульфонамідів, яка описується формулою I, належить до об'єму охорони даного винаходу, ступінь гербіцидної активності, селективності щодо сільськогосподарських культур та одержуваний спектр контролю за бур'янами змінюються залежно від замінників та інших властивостей цих сполук. Сполуки можуть застосовуватися у вищих, неселективних концентраціях з метою контролю росту всієї рослинності на певній ділянці. Для таких цілей особливий інтерес становлять сполуки 10, 13, 14, 15, 18, 23, 26, 27, 28, 36, 37, 38, 39, 41, 50, 53, 54, 60, 63, 65, 77, 80, 81, 92, 105, 106 і 139. У багатьох випадках сполуки можуть також застосовуватися в нижчих селективних концентраціях для контролю небажаної рослинності у трав'янистих культурах, таких як кукурудза, сорго, пшениця, ячмінь та рис, а також у широколистяних культурах, таких як рапс, соя та бавовна. Особливий інтерес становить їх використання для селективного контролю за трав'янистими бур'янами, такими як лисохвіст мишохостиковидний та вівсюг, а також деяких широколистяних бур'янів у малих хлібних злаках, таких як пшениця і ячмінь. Найкращими для використання з цією метою є сполуки 28, 34, 53, 96, 98, 105 та 142. Ряд сполук може використовуватися для виведення широколистяних бур'янів із малих хлібних злаків, таких як пшениця. Особливий інтерес з цією метою становлять сполуки 1, 2, 21, 32, 43, 46, 52, 95, 109, 120, 122 і 126. Багато із сполук можуть використовуватися для контролю багатьох широколистяних та трав'янистих бур'янів у рисі. Особливий інтерес для використання з цією метою становлять сполуки 167, 177, 184, 185, 187, 188, 190, 194, 195, 203, 209, 210, 220, 229 і 233. Небажана рослинність може бути виведена як з безпосередньо висіяного, так і з пересадженого рису, який росте або на затоплених полях, або на підвищеннях. Часто селективність дії відносно рису може бути покращена за рахунок використання допоміжних речовин. Деякі із сполук, такі як сполуки 55 і 106, можуть застосовуватися для виведення широколистяних та трав'янистих бур'янів із рапсу.

В даному описі терміном "гербіцид" позначається активний інгредієнт, який контролює або несприятливо видозмінює ріст рослин гербіцидно ефективною або такою, що контролює ріст рослин, кількістю є кількість активного інгредієнта, яка зумовлює несприятливу видозмінюючу дію і перед-

бачає відхилення від природного розвитку, зниження, регулювання, висушування, уповільнення та подібне. Терmini "рослини" і "рослинність" означають проросле насіння, пророслі паростки та рослини, що вже прийнялися.

Сполуки згідно з даним винаходом демонструють гербіцидну активність, коли вони застосовуються безпосередньо до рослини або до її локусу на будь-якій стадії росту або перед її посадкою чи сходженням. Ефект, який спостерігається, залежить від виду рослин, які підпадають під контроль, від стадії росту рослини та від коефіцієнтів розведення та розміру крапель розпилювача, розміру частинок твердих компонентів, умов навколишнього середовища на момент застосування, особливостей застосовуваної сполуки, особливостей застосовуваних допоміжних речовин та носіїв, типу ґрунту та подібного, а також від кількості застосовуваної хімічної сполуки. Ці та інші фактори можуть, як відомо з рівня техніки, регулюватися для сприяння неселективній та селективній гербіцидній дії. Загалом, для досягнення максимального контролю за бур'янами перевага надається післясходовому застосуванню сполук формули I до незрілих культур.

Концентрації приблизно від 0,001 до приблизно 1 кг/га загалом використовуються для післясходової обробки, для досходової обробки, в основному, використовують концентрації від приблизно 0,01 до приблизно 2 кг/га. Вищі концентрації загалом зумовлюють неселективний контроль широкого різновиду небажаної рослинності. Нижчі концентрації типово зумовлюють селективний контроль і, шляхом раціонального підбору сполук, за рахунок часових розрахунків та концентрацій застосування, можуть застосовуватися до локусу сільськогосподарських культур.

Сполуки формули I згідно з винаходом часто застосовуються разом з одним або двома гербіцидами для досягнення контролю більшої кількості різновидів небажаної рослинності. При застосуванні у поєднанні з іншими гербіцидами, на основі заявлених сполук та іншого (их) гербіцида (ів) можуть бути приготовані композиції, сполуки згідно з винаходом можуть змішуватися в резервуарі з іншим (ими) гербіцидом (ами) або можуть застосовуватися послідовно з іншим (ими) гербіцидом (ами). Деякі із гербіцидів, які можуть вигідно застосовуватися у поєднанні із сполуками даного винаходу, включають заміщені сполуки триазолопіримідинсульфонамідів, такі як N-(2,6-дихлорфеніл)-5-етокси-7-фтор[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-сульфонамід (діклосульам), N-(2-метоксикарбоніл-6-хлорфеніл)-5-етокси-7-фтор[1,2,4]триазоло[1,5-с]-піримідин-2-сульфонамід (клорансуламметил) та N-(2,6-дифторфеніл)-5-метил[1,2,4]триазоло[1,5-а]-піримідин-2-сульфонамід (флуметсулам). Також можуть застосовуватися інші гербіциди, такі як ацифторфен, бентазон, хлоримурон, кломазон, лактофен, карфентразонметил, фуміклолак, флуометурон, фомесафен, імазакін, імазетафір, лінурон, метрибузин, флуазифоп, галоксифоп, гліфосат, гліфосинат, 2,4-D, ацетохлор, метолахлор, сетоксидим, нікосульфурон, клопіралід, флуораксіпір, метсульфуронметил, амідосульфурон, трибенурон та інші. Загалом перевага надається засто-

суванню сполук разом з іншими гербіцидами, яким властива подібна селективність відносно певних сільськогосподарських культур. Також звичайно надається перевага одночасному застосуванню цих гербіцидів або у вигляді складної композиції, або у вигляді суміші.

Сполуки згідно з даним винаходом для посилення їх селективності можуть використовуватися, в основному, в поєднанні з широким рядом гербіцидних запобіжників, таких як клокінтоцет, мефенпір, фурилазол, дихлормід, беноксакор, флуразол, флуксофеніл, даімурон, диметиперат, тіобенкарб та фенклорим. Особливо ефективними звичайно є гербіцидні запобіжники, які виявляють свою дію через модифікацію гербіцидами метаболізму у рослин за рахунок посилення активності цитохрому Р-450 оксидаз. Це часто є варіантом реалізації винаходу, якому надають перевагу. Ці сполуки можуть додатково застосовуватися для контролю небажаної рослинності у багатьох сільськогосподарських культурах, які стали стійкими до дії гербіцидів за рахунок обробки методами генної інженерії або мутації та селекції. Наприклад, можна піддавати обробці кукурудзу, пшеницю, рис, сою, цукровий буряк, бавовну, канолу (canola) та інші культури, які стали терпимими або стійкими до дії гербіцидів загалом або до гербіцидів, які інгібують фермент ацетоллактатсинтазу у чутливих рослин.

ПРИКЛАДИ

Наведені нижче приклади ілюструють різні аспекти даного винаходу і не повинні тлумачитися як такі, що обмежують об'єм охорони, який визначається нижченаведеною формулою винаходу.

1 Одержання 2-пропілтію-3-(трифторметил)анізолау
Розчин 30мл (208ммоль) 3-(трифторметил)анізолау в 500мл сухого тетрагідрофурану охолоджували до -70°C під шаром азоту і при перемішуванні та охолодженні повільно додавали 100мл (250ммоль) 2,5М бутиллітію вгексані. Червонуватий розчин перемішували при -70°C протягом 1 години і потім при перемішуванні та охолодженні повільно додавали 42мл (270ммоль) дипропілдісульфіду. Одержаний в результаті суміш давали нагрітися до температури навколишнього середовища протягом періоду, який становив 18 годин. Суміш гасили з допомогою 250мл насиченого водного розчину хлориду амонію. Органічну фазу відділяли, сушили над сульфатом магнію і концентрували за рахунок випаровування під зниженим тиском. Жовтий маслянистий залишок дистильовали у фракційній дистильційній колоні Вігро на шарі ртуті завтовшки 0,2мм (0,2мм Hg) (27Па) з метою одержання 37г (71% в теорії) чистої фракції рідкого продукту з температурою кипіння 92°C. Було виявлено, що ця фракція містить 82% вказаної у заголовку сполуки, 10% ізомера 2-пропілтію-5-(трифторметил)анізолау.

Елементний аналіз $C_{11}H_{13}F_3OS$

За розрахунком %C, 52,8, %H, 5,24 %S 12,8

Знайдено %C, 52,7, %H, 5,11 %S 11,9

ЯМР 1H ($CDCl_3$) 7,02 (m, 3H), 3,96 (s, 3H), 2,83 (t, 2H, J=7,4), 1,54-1,04 (m, 2H), 0,93 (t, 3H, J=7,4)

2 Одержання 2-(бензилтію)анізолау

До суміші 22г (196ммоль) трет-бутоксиду калію та 100мл тетрагідрофурану при температурі

0°C і при перемішуванні додавали по краплях розчин 25г (178ммоль) 2-метокситофенолу в 50мл сухого тетрагідрофурану. Під час охолодження та перемішування до цієї суміші додавали розчин 25мл (214ммоль) бензилхлориду в 50мл тетрагідрофурану, після чого суміші давали нагрітися до температури навколишнього середовища і перемішували протягом 18 годин. Одержану в результаті суміш концентрували шляхом випаровування під зниженим тиском, а залишок розводили з допомогою 300мл дихлорметану. Одержаний розчин промивали водою, сушили над сульфатом магнію і концентрували шляхом випаровування під зниженим тиском. У залишку отримували вказану у заголовку сполуку у вигляді твердої речовини білого кольору, яка має температуру плавлення 69-70°C.

Елементний аналіз $C_{14}H_{14}OS$

За розрахунком %C, 73,0, %H, 6,13 %S 13,9

Знайдено %C, 73,0, %H, 6,13 %S 13,7

ЯМР 1H ($CDCl_3$) 7,2 (m, 7H), 6,8 (m, 2H), 4,1 (s, 2H), 3,90 (s, 3H)

3 Одержання метил 2-пропілтіо-3-метоксибензоату

Розчин 65,3г (318ммоль) 3-(4,4-диметилпиксозолін-2-іл)анізоли в 400мл сухого тетрагідрофурану охолоджували до -70°C, після чого до нього при охолодженні та перемішуванні додавали 165,5мл (414ммоль) 2,5М бутиллітію. Бургундський розчин нагрівали до -40°C, перемішуючи, протягом 90 хвилин. Потім його охолоджували -70°C і по краплях при охолодженні та перемішуванні додавали до нього розчин 62,2г (414ммоль) дипропілдісульфіду в 100мл сухого тетрагідрофурану. Одержаний в результаті суміші давали нагрітися до температури навколишнього середовища протягом періоду часу, який становив 90 хвилин, і одержану рожеву молокоподібну суспензію нейтралізували з допомогою 300мл насиченого водного розчину хлориду амонію. Фази розділяли і органічну фазу сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували за рахунок випаровування під зниженим тиском. Золотистий маслянистий залишок дистильовали на шарі ртуті завтовшки 0,6мм (80Па) у фракційній дистильційній колоні Вігро (2x10см) з метою одержання 76г (86% в теорії) 2-пропілтіо-3-(4,4-диметилпиксозолін-2-іл)анізоли у вигляді світло-жовтого масла з температурою кипіння 155-157°C(0,6ммHg).

ЯМР 1H ($CDCl_3$) 7,25 (t, 1H, J=7,8), 7,06 (dd, 1H, J=7,6, 1,3), 6,90 (dd, 1H, J=8,3, 1,2), 4,09 (s, 2H), 3,87 (s, 3H), 2,76 (t, 2H, J=7,2), 1,44 (m, 2H), 1,37 (s, 6H), 0,89 (t, 3H, J=7,4)

Суспензію 58,2г (209ммоль) 2-пропілтіо-3-(4,4-диметилпиксозолін-2-іл)анізоли у водному розчині бн хлорводневої кислоти нагрівали зі зворотним холодильником, перемішуючи, протягом 18годин. Одержаний в результаті гомогенний розчин екстрагували тричі по 100мл діетиловим ефіром і об'єднані екстракти сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували шляхом випаровування під зниженим тиском. Одержане в результаті масло бурштинового кольору очищали флеш-хроматографією на колонці із силікагелем, використовуючи в якості елюента суміш гексану з етилацетатом. Фракції, що містили продукт, об'єднували і концентрували випаровуванням під зниженим

тиском з метою одержання 38,7г (82% в теорії) 2-пропілтіо-3-метоксибензойної кислоти у вигляді в'язкого золотистого масла

ЯМР 1H ($CDCl_3$) 12,3 (brs, 1H), 7,55 (dd, 1H, J=7,8, 1,1), 7,33 (t, 1H, J=8,1), 7,01 (dd, 1H, J=8,3, 0,9), 3,88 (s, 3H), 2,80 (t, 2H, J=7,5), 1,49 (m, 2H), 0,90 (t, 3H, J=7,3)

Готували суспензію 38,1г (169ммоль) 2-пропілтіо-3-метоксибензойної кислоти в 100г (843ммоль) тійнілхлориду і перемішували її при температурі навколишнього середовища протягом 18годин. Одержаний в результаті розчин концентрували випаровуванням під зниженим тиском з метою одержання 39,7г неочищеного хлорангідриду 8,7г (36ммоль) цього ангідриду розчиняли у 100мл сухого метанолу, розчин охолоджували до 0°C і при перемішуванні та охолодженні додавали 4,7г (46ммоль) триетиламіну. Суміші давали нагрітися до температури навколишнього середовища протягом 18годин, при цьому суміш перемішували. Одержану в результаті суміш концентрували шляхом випаровування під зниженим тиском і темний маслянистий залишок розчиняли в 250мл діетилового ефіру. Ефірний розчин промивали двічі по 200мл водою, сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували шляхом випаровування під зниженим тиском з метою одержання 8,4г (99% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді темного масла

ЯМР 1H ($CDCl_3$) 7,26 (t, 1H, J=8,2), 7,03 (d, 1H, J=8,4), 6,92 (d, 1H, J=8,2), 3,87 (s, 3H), 2,77 (t, 2H, J=7,4), 1,45 (m, 2H), 0,89 (t, 3H, J=7,4)

4 Одержання 2-метокси-3-пропілтіо-4-(трифторметил)піридину

Розчин, одержаний шляхом додавання 110мл (154ммоль) 1,4М метиллітію в діетиловому ефірі до 70мл сухого тетрагідрофурану під шаром азоту, охолоджували з використанням ванни із сухим льодом та ацетоном і додавали до нього при охолодженні та перемішуванні 12,4г (70ммоль) 2-метокси-4-(трифторметил)піридину та 0,92мл (7ммоль) діізопропіламіну. Суміші давали нагрітися до -40°C і повторно охолоджували у ванні із сухого льоду та ацетону. При перемішуванні та охолодженні додавали по краплях дипропілдісульфід (33мл, 210ммоль). Одержаний в результаті суміші давали нагрітися до температури навколишнього середовища і потім розводили з допомогою 150мл води та екстрагували з допомогою діетилового ефіру. Ефірний екстракт сушили над сульфатом магнію і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Маслянистий залишок жовтуватого-коричневого кольору очищали хроматографією на силікагелі, елюючи сумішшю гексану з етилацетатом з метою одержання 14,1г (80% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді світло-жовтого масла

Елементний аналіз $C_{10}H_{12}NF_3OS$

За розрахунком %C, 47,8, %H, 4,81 %N, 5,57, %S 12,8

Знайдено %C, 48,1, %H, 5,33 %N, 5,33, %S 12,7

ЯМР 1H ($CDCl_3$) 8,18 (d, 1H, J=5,7), 7,12 (d, 1H, J=5,7), 4,00 (s, 3H), 2,85 (t, 2H, J=7,4), 1,47-1,46 (m, 2H), 0,93 (t, 3H, J=7,2)

Подібним способом були одержані наступні

сполуки 3-пропілтіопіридину 2-метокси-3-пропілтіопіридин - безбарвне масло з температурою кипіння 80°C під 0,3мм Hg (тиск 40Па),

Елементний аналіз $C_9H_{13}OS$

За розрахунком % C, 59,0, % H, 7,15

Знайдено % C, 59,1, % H, 7,12

2-Хлор-4-метокси-3-пропілтіопіридин - чисте масло,

ЯМР 1H ($COCl_3$) 8,21 (d, 1H, J=5,6), 6,77 (d, 1H, J=5,6), 3,97 (s, 3H), 2,85 (t, 2H, J=7,5), 1,57-1,50 (m, 2H), 0,99 (t, 3H, J=7,3), 1

4-Хлор-2-метокси-3-пропілтіопіридин - жовте масло,

ЯМР 1H ($COCl_3$) 7,96 (d, 1H, J=5,2), 6,98 (d, 1H, J=5,6), 4,02 (s, 3H), 2,88 (t, 2H, J=7,3), 1,54-1,51 (m, 2H), 0,96 (t, 3H, J=7,8)

5 Одержання 2-метокси-6-(трифторметил)бензолсульфонілхлориду

Суміш, яка містила 20г (80ммоль) сполук 2-пропілтіо-3-(трифторметил)анізол 2-пропілтіо-5-(трифторметил)анізол невідома в об'ємному співвідношенні 82 10 8, 250мл хлороформу та 125мл води, охолоджували до 0°C з використанням льодяної ванни і повільно при перемішуванні додавали 21,6г (305ммоль)газоподібного хлору Через 2,5години органічну фазу відділяли, сушили над сульфатом магнію і концентрували випаровуванням під зниженим тиском Залишок у вигляді чистого масла змішували із 100мл пентану і суміші давали відстоятися при температурі навколишнього середовища протягом 18 годин, а також - в умовах охолодження протягом 3 годин для кристалізації масла Тверді продукти збирали відфільтровуванням з метою одержання 11,9г (54% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді кристалів білого кольору, які мають температуру плавлення 86-88°C

ЯМР 1H ($COCl_3$) 7,8 (dd, 1H, J=7,9, 8,6), 7,53 (d, 1H, J=7,9), 7,46 (d, 1H, J=8,6), 4,1 (s, 3H)

6 Одержання 2-метоксibenзолсульфонілхлориду

Розчин 34,1г (149ммоль) 2-(бензилтіо)анізолу в 300мл хлороформу змішували з 150мл води і суміш охолоджували з використанням крижаної ванни До суміші додавали газоподібний хлор (39г, 550мл), перемішуючи та охолоджуючи такою мірою, щоб температура залишалася нижчою 5°C Після цього крижану ванну вилучали і жовтій суміші давали нагрітися до температури навколишнього середовища і перемішували протягом 18 годин Потім шари розділяли і шар хлороформу сушили над сульфатом магнію і концентрували випаровуванням під зниженим тиском У залишку було жовте масло, з якого в результаті відстоювання одержували 21,3г (69% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді білих кристалів, температура плавлення 52-53°C

ЯМР 1H ($COCl_3$) 7,93-7,76 (m, 1H), 7,70-7,65 (m, 1H), 7,13-7,06 (m, 1H), 4,0 (s, 3H)

7 Одержання метил 2-хлорсульфоніл-3-метоксibenзоату

Готували суміш із 7,8г (32ммоль) метил 3-метокси-2-пропілтіобензоату, 2,3г (130ммоль) води і 30мл крижаної оцтової кислоти, яку нагрівали до 45°C При перемішуванні додавали газоподібний хлор (7,6г, 107ммоль) Темна суміш змінювала

своє забарвлення на світло-оранжеве, і температура зростала до 75°C Через 1 годину суміш вливали у 600мл води з льодом і перемішували, доки не розтоплювався весь лід Присутні тверді речовини віділяли відфільтровуванням і розчиняли в 500мл діетилового ефіру Ефірний розчин сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском Твердий залишок жовтувато-коричневого кольору очищали флеш хроматографією на силікагелі, елюючи сумішшю гексану з етилацетатом Фракції, які містять продукт, об'єднували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском з метою одержання 5,32г (62% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді світло-рожевої твердої речовини, яка має температуру плавлення 106,5-108,5°C

Елементний аналіз $C_9H_9ClO_5S$

За розрахунком % C, 40,8, % H, 3,43 %S 12,1

Знайдено % C, 40,7, % H, 3,62 %S 11,8

ЯМР 1H ($COCl_3$) 7,68 (t, 1H, J=8,0), 7,21 (d, 1H, J=8,7), 7,03 (d, 1H, J=7,5), 4,05 (s, 3H), 3,90 (s, 3H)

8 Одержання 2,6-диметоксibenзолсульфонілхлориду

Готували розчин 15г (108ммоль) 1,3-диметоксibenзолу і 13,8г (119ммоль) N,N,N',N'-тетраметилетилендіаміну в 225мл сухого петролейного ефіру і охолоджували до 0°C і потім при перемішуванні додавали 47,5мл (119ммоль) 2,5М бутилтію в гексані Через 1 годину суміш охолоджували приблизно до -72°C і при перемішуванні додавали приблизно 70г (1 моль) діоксиду сірки у вигляді насиченого розчину в 100мл сухого діетилового ефіру Одержану в результаті світло-жовту суміш нагрівали до 10°C протягом 2 годин і потім присутні у ній клейкі тверді речовини жовтого кольору збирали відфільтровуванням і промивали декількома порціями сухого діетилового ефіру Тверді речовини суспендували в 400мл сухого гексану, суспензію охолоджували до 0°C і при перемішуванні та охолодженні додавали 14,6г (108ммоль) хлориду сірки у вигляді розчину в 200мл сухого гексану Через 45 хвилин при температурі 0°C одержані в результаті тверді речовини рожевого кольору збирали відфільтровуванням, промивали холодним гексаном і розчиняли в діетиловому ефірі Одержаний в результаті розчин промивали тричі по 150мл холодною водою, сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском з метою одержання 19,4г (76% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді світло-жовтих кристалів з температурою плавлення 89-91 °C

ЯМР 1H ($COCl_3$) 7,51 (t, 1H, J=8,5), 6,64 (d, 2H, J=8,5), 3,92 (s, 6H)

Подібним чином були одержані наступні сполуки

2,4-Диметоксипіридин-3-сульфонілхлорид - жовтувато-коричнева тверда речовина, температура плавлення 118-120°C,

ЯМР 1H ($COCl_3$) 8,26 (d, 1H, J=5,9), 6,66 (d, 1H, J=5,9), 4,11 (s, 3H), 4,05 (s, 3H)

9 Одержання 2-етокси-5-метилбензолсульфонілхлориду

До розчину 10мл (150ммоль) хлорсульфонової

кислоти в 10мл дихлорметану при температурі 0°C при охолодженні і перемішуванні додавали розчин 6,8г (50ммоль) 4-етокситолуолу в 20мл дихлорметану. Суміш перемішували протягом 1 години при температурі 0°C і потім нагрівали до температури навколишнього середовища, після чого перемішували протягом ще однієї години. Одержаний в результаті жовтувато-коричневий розчин вливали у 200мл крижаної води і суміш екстрагували дихлорметаном. Екстракт сушили над сульфатом магнію і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Залишок у кількості 7,9г (68% в теорії) у вигляді світло жовтувато-коричневої речовини, що має температуру плавлення 59-61°C, була вказана у заголовку сполука

ЯМР ^1H (COCl_2) 7,71 (d, 1H, J=2,2), 7,4 (dd, 1H, J=8,5, 2,2), 6,95 (d, 1H, J=8,5), 4,23 (q, 2H, J=7,0), 1,49(t, 3H, J=7,0)

10 Одержання 2-метокси-4-(трифторметил)пиридин-3-сульфонілхлориду

50мл води поєднували з розчином 7,0г (28ммоль) 2-метокси-3-пропілтіо-4-(трифторметил)пиридину в 100мл дихлорметану і суміш охолоджували з використанням крижаної ванни. При перемішуванні і охолодженні повільно додавали газоподібний хлор (5,1мл, 112ммоль). Після цього суміш давали нагрітись до температури навколишнього середовища і перемішували протягом 3 годин. Шари розділяли, а органічний шар сушили над сульфатом магнію і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Жовтий масляний залишок очищали хроматографією на силікагелі, елюючи сумішшю гексану з етилацетатом. Фракції, які містили продукт, об'єднували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском з метою одержання 4,9г (64% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді світло-жовтого масла

ЯМР ^1H (COCl_2) 8,6 (d, 1H, J=5,4), 7,4 (d, 1H, J=5,4), 4,2 (s, 3H)

Мас-спектр мав вихідний максимум M^+ 275

Подібним чином були одержані наступні сполуки пиридин-3-сульфонілхлориду

4-Хлор-2-метоксипиридин-3-сульфонілхлорид,

ЯМР ^1H (COCl_2) 8,23 (d, 1H, J=5,6), 7,11 (d, 1H, J=5,2), 4,17 (s, 3H),

Мас-спектр M^+ 275,

2-Хлор-4-метоксипиридин-3-сульфонілхлорид - жовтувато-коричнева кристалічна речовина,

ЯМР ^1H (CDCl_3) 8,47 (d, 1H, J=5,9), 7,03 (d, 1H, J=5,9), 4,13 (s, 3H),

і 2-Метоксипиридин-3-сульфонілхлорид - прозоре масло,

ЯМР ^1H (COCl_2) 8,46-8,44 (dd, 1H, J=1,9, 4,9), 8,22-8,19 (dd, 1H, J=1,9, 7,8), 7,08-7,04 (dd, 1H, J=4,9, 7,8), 4,16(s, 3H)

11 Одержання 2-(1,1,2,2-тетрафторетокси)бензолсульфонілхлориду Розчин 3,8г (55ммоль) нітриту натрію в 6мл води повільно додавали при перемішуванні та охолодженні до суміші 12,3г (50ммоль) 2-(1,1,2,2-тетрафторетокси)аніліну, 18мл концентрованого водного розчину хлорводневої кислоти та 5мл оцтової кислоти, яку попередньо охолоджували до -10°C. Через 45 хвилин одержану в результаті суміш додавали порціями до розчину 1,3г (18ммоль) хлористої міді та 0,5г (4ммоль) хлориду міді в 50мл оцтової кис-

лоти, насиченої діоксидом сірки (більше 12г), який мав температуру -10°C. Потім суміш нагрівали до температури навколишнього середовища і перемішували протягом 90 хвилин, після чого її вливали до льоду. Одержану суміш екстрагували діетиловим ефіром, а екстракт промивали водою, сушили над сульфатом магнію і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Залишок хроматографували на силікагелі, елюючи сумішшю гексану з етилацетатом. Фракції, що містили продукт, об'єднували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском з метою одержання 11г (75% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді жовтого масла

ЯМР ^1H (COCl_2) 8,07 (dd, 1H, J=1,7, 8,0), 7,76 (ddd, 1H, J=1,7, 7,8, 8,1), 7,59 (dd, 1H, J=1,2, 8,1), 7,45 (ddd, 1H, J=1,2, 7,8, 8,0), 6,05 (t, 1H, J=4,0, 53,0)

Мас-спектр мав вихідний максимум M^+ 292

12 Одержання бромгідрату 3-аміно-8-хлор-5-метилтіо[1,2,4]-триазоло[4,3-с]пиримідину

Розчин 40мл (120ммоль) 3 молярних об'ємів бромціану у дихлорметані об'єднували, перемішуючи, з 19,0г (100ммоль) 5-хлор-4-празин-2-метилтіопиримідину та 200мл сухого ізопропілового спирту при температурі навколишнього середовища. Одержану в результаті суміш перемішували протягом 18 годин і потім розводили з допомогою 500мл діетилового ефіру. Тверді сполуки, що утворювалися, відділяли відфільтровуванням і сушили з метою одержання теоретичної кількості вказаної у заголовку сполуки у вигляді жовтої твердої речовини з температурою плавлення 250°C

Елементний аналіз $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_5\text{BrClS}$

За розрахунком % C, 24,3, % H, 2,38 % N, 23,6, %S 10,8

Знайдено % C, 26,1, % H, 2,69 % N, 24,0, %S 12,2

ЯМР ^1H (DMCO-d_6) 7,80 (s, 1H), 2,67 (s, 3H), ^{13}C 150,96, 147,90, 143,10, 138,38, 113,16, 14,22

Подібним чином були одержані наступні сполуки 3-аміно[1,2,4]триазоло[4,3-с]пиримідину

Бромгідрат 3-аміно-8-фтор-5-метилтіо

[1,2,4]триазоло[4,3-с]пиримідину - жовта тверда речовина з температурою плавлення 168-170°C,

Елементний аналіз $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_5\text{BrFS}$

За розрахунком % C, 25,7, % H, 2,51 % N, 25,0, %S 11,4

Знайдено % C, 25,7, % H, 2,52 % N, 25,0, %S 11,5

Бромгідрат 3-аміно-8-метокси-5-

метилтіо[1,2,4]триазоло[4,3-с]пиримідину жовтувато-коричнева тверда речовина з температурою плавлення 180-182°C,

Елементний аналіз $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_5\text{BrOS}$

За розрахунком % C, 28,8, % H, 3,45 % N, 24,0, %S 11,0

Знайдено % C, 29,0, % H, 3,44 % N, 23,9, %S 11,1

Бромгідрат 3-аміно-8-йод-5-

метилтіо[1,2,4]триазоло[4,3-с]пиримідину - жовта тверда речовина з температурою плавлення 197-199°C,

Елементний аналіз $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_5\text{BrIS}$

За розрахунком % C, 18,6, % H, 1,82 % N, 18,1, %S 8,26

Знайдено % C, 19,0, % H, 2,28 % N, 18,0, % S 8,54

Бромгідрат 3-аміно-8-бром-5-метилтіо[1,2,4]триазоло[4,3-с]піримідину - жовта тверда речовина з температурою плавлення 193-195°C,

Елементний аналіз $C_6H_7N_5Br_2S$

За розрахунком % C, 21,1, % H, 2,07 % N, 20,5, % S 9,40

Знайдено % C, 21,3, % H, 2,14 % N, 20,6, % S 9,33

Бромгідрат 3-аміно-8-метил-5-метилтіо[1,2,4]триазоло[4,3-с]піримідину - жовта тверда речовина з температурою плавлення 234-236°C,

Елементний аналіз $C_7H_{10}N_5BrS$

За розрахунком % C, 30,6, % H, 3,30 % N, 25,5, % S 11,7

Знайдено % C, 30,7, % H, 3,52 % N, 25,3, % S 11,5

Бромгідрат 3-аміно-8-етокси-5-метилтіо[1,2,4]триазоло[4,3-с]піримідину - жовтий порошок з температурою плавлення 160-163°C, і

Бромгідрат 3-аміно-5-метилтіо[1,2,4]триазоло[4,3-с]піримідину - жовтувато-коричнева тверда речовина,

ЯМР 1H (ДМСО- d_6) 7,52 (d, 1H, J=6,6), 7,13 (d, 1H, J=6,7), 6,08 (s, 2H), 2,61 (s, 3H)

13 Одержання 2-аміно-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину

Готували суміш 15г (51ммоль) бромгідрату 3-аміно-8-хлор-5-метилтіо[1,2,4]триазоло[4,3-с]піримідину, 8,2мл (76ммоль) етилакрилату і 150мл метанолу, яку охолоджували у крижаній ванні. До цієї суміші при перемішуванні і охолодженні повільно додавали розчин 17мл (76ммоль) 4,5 молярних частин метоксиду натрію в метанолі.

Коли закінчували додавання, суміші давали нагрітися до температури навколишнього середовища і перемішували протягом 18 годин. Потім суміш нейтралізували з допомогою 2мл оцтової кислоти. Утворені тверді речовини відділяли відфільтровуванням, промивали діетиловим ефіром і сушили з метою одержання 7,7г (75% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді жовтувато-коричневого порошку з температурою плавлення понад 250°C

Елементний аналіз $C_6H_6N_5ClO$

За розрахунком % C, 36,1, % H, 3,03 % N, 35,1,

Знайдено % C, 36,1, % H, 3,19 % N, 34,8,

ЯМР 1H (AMCO- d_6) 8,0 (s, 1H), 6,8 (brs, 2H), 4,1 (s, 3H), ^{13}C 166,40, 151,65, 147,73, 140,95, 108,57, 56,12

Подібним чином були одержані наступні сполуки 2-аміно[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину

2-Аміно-8-фтор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин - жовтувато-коричневі голчасті кристали з температурою плавлення понад 230°C,

Елементний аналіз $C_6H_6N_5FO$

За розрахунком % C, 39,4, % H, 3,30 % N, 38,2%,

Знайдено % C, 39,5, % H, 3,28 % N, 37,7%,

2-Аміно-5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин - жовтувато-коричневий порошок з температурою плавлення 201-203°C,

Елементний аналіз $C_7H_9NO_2$

За розрахунком % C, 43,1, % H, 4,65 % N, 35,9%,

Знайдено % C, 43,2, % H, 4,67 % N, 35,6%,

2-Аміно-7-фтор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин - жовтувато-коричневий порошок з температурою плавлення понад 250°C,

Елементний аналіз $C_6H_6N_5FO$

За розрахунком % C, 39,4, % H, 3,30 % N, 38,2%,

Знайдено % C, 39,6, % H, 3,31 % N, 38,2%,

2-Аміно-8-йод-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин - жовтувато-коричнева тверда речовина з температурою плавлення понад 250°C,

Елементний аналіз $C_6H_6N_5IO$

За розрахунком % C, 24,8, % H, 2,08 % N, 24,1%,

Знайдено % C, 25,0, % H, 1,96 % N, 23,8%,

2-Аміно-8-метил-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин - жовтувато-коричнева тверда речовина з температурою плавлення понад 250°C,

Елементний аналіз $C_7H_9N_5O$

За розрахунком % C, 46,9, % H, 5,06 % N, 39,1%,

Знайдено % C, 46,7, % H, 4,84 % N, 39,1%,

2-Аміно-8-етокси-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин - світла жовтувато-коричнева тверда речовина з температурою плавлення 190-191°C, і

2-Аміно-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин - жовтувато-коричнева тверда речовина з температурою плавлення понад 250°C,

ЯМР 1H (ДМСО- d_6) 7,82 (d, 1H, J=6,3), 7,03 (d, 1H, J=6,1), 6,31 (s, 2H) і 4,12 (s, 3H)

14 Одержання 2-(N-триметилсиліламіно)-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину

Суміш 12,7г (85ммоль) йодиду натрію в 425мл сухого ацетонтрилу готували в атмосфері азоту у попередньо просушений колбі об'ємом 2мл і до цієї суміші під час перемішування при температурі навколишнього середовища вприскуванням додавали 9,25г (10,8ммоль, 85ммоль) хлортриметилсилану. Через 10 хвилин, перемішуючи, додавали 17г (85ммоль) 2-аміно-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину та 8,62г (11,9ммоль, 85ммоль) триетиламіну. Компонентам суміші давали змогу прореагувати протягом 12годин при температурі навколишнього середовища, перемішуючи, і потім розводили з допомогою 500мл сухого діетилового ефіру. Солі, які випадали в осад, відділяли відфільтровуванням через сухий сцинтиляційний склофільтр і фільтрат концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Залишок розводили ще однією порцією 500мл сухого діетилового ефіру, повторно проводили процедуру виділення солей. Одержували 19,5г (84% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді твердого залишку.

2-аміно-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину та 8,62г (11,9ммоль, 85ммоль) триетиламіну. Компонентам суміші давали змогу прореагувати протягом 12годин при температурі навколишнього середовища, перемішуючи, і потім розводили з допомогою 500мл сухого діетилового ефіру. Солі, які випадали в осад, відділяли відфільтровуванням через сухий сцинтиляційний склофільтр і фільтрат концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Залишок розводили ще однією порцією 500мл сухого діетилового ефіру, повторно проводили процедуру виділення солей. Одержували 19,5г (84% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді твердого залишку.

15 Одержання (N-(8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-іл)-2-метокси-6-(трифторметил)бензолсульфонамід

Готували розчин 19,5г (72ммоль) 2-(N-триметилсиліламіно)-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину, розчиненого в 150мл сухого ацетонтрилу, і під азотом при температурі середовища, перемішуючи, додавали 27,5г (100ммоль) 2-метокси-6-

2-аміно-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину та 8,62г (11,9ммоль, 85ммоль) триетиламіну. Компонентам суміші давали змогу прореагувати протягом 12годин при температурі навколишнього середовища, перемішуючи, і потім розводили з допомогою 500мл сухого діетилового ефіру. Солі, які випадали в осад, відділяли відфільтровуванням через сухий сцинтиляційний склофільтр і фільтрат концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Залишок розводили ще однією порцією 500мл сухого діетилового ефіру, повторно проводили процедуру виділення солей. Одержували 19,5г (84% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді твердого залишку.

15 Одержання (N-(8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-іл)-2-метокси-6-(трифторметил)бензолсульфонамід

Готували розчин 19,5г (72ммоль) 2-(N-триметилсиліламіно)-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину, розчиненого в 150мл сухого ацетонтрилу, і під азотом при температурі середовища, перемішуючи, додавали 27,5г (100ммоль) 2-метокси-6-

(трифторметил)бензолсульфонілхлориду. До цього розчину додавали одночасно з перемішуванням 6,7г (6,9ммоль, 85ммоль) сухого піридину, 0,66г (0,60ммоль, 8,5ммоль) сухого диметилсульфоксиду і 13,7г (85ммоль) фториду цезію. Суміші давали змогу реагувати протягом 8годин, після чого присутні у ній тверді речовини відділялися відфільтровуванням. Ці тверді речовини суспендували в 100мл 0,38% водному розчині хлорводневої кислоти і відділяли відфільтровуванням, після чого суспендували в 100мл метанолу і відфільтровували. Виділену білу тверду речовину сушили з метою одержання 21,3г (68% в теорії) вказаної у заголовку сполуки з температурою плавлення 216-217°C.

Елементний аналіз $C_{14}H_{11}N_5ClF_3O_4S$

За розрахунком % C, 38,4, % H, 2,53 % N, 16,0%,

Знайдено % C, 38,6, % H, 2,50 % N, 16,1%,
16 Одержання (N-(8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-іл)-2,6-диметоксибензолсульфонамід)

Готували суспензію 0,80г (4,0ммоль) 2-аміно-8-хлор-5-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину в 15мл сухого ацетонітрилу і при температурі середовища, перемішуючи і підтримуючи систему в сухому стані, додавали 1,90г (8,0ммоль) 2,6-диметоксибензолсульфонілхлориду, 0,63г (8,0ммоль) сухого піридину і 0,08г (1ммоль) сухого диметилсульфоксиду. Через 18 годин додавали ще одну порцію, сухого піридину у кількості 0,32г, а ще через 18 годин - ще 0,08г сухого диметилсульфоксиду. Ще через 1 годину суміш розводили з допомогою 350мл дихлорметану і одержану в результаті суміш промивали тричі по 150мл водою, сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Оранжевий маслянистий залишок порошували з допомогою діетилового ефіру з метою одержання вказаної у заголовку сполуки у вигляді світло-жовтої твердої речовини, кількість якої після висушування становила 1,41г (88% в теорії), а температура плавлення дорівнювала 215,5-217,5°C.

Елементний аналіз $C_{14}H_{14}N_5ClO_5S$

За розрахунком % C, 42,1, % H, 3,53 % N, 17,5, % S 8,02

Знайдено % C, 42,2, % H, 3,62 % N, 17,1, % S 7,70

ЯМР 1H (ДМСО- d_6) 11,74 (s, 1H), 8,10 (s, 1H), 7,44 (t, 1H, J=8,5), 6,75 (d, 2H, J=8,4), 4,11 (s, 3H), 3,88 (s, 3H), 3,77 (s, 6H)

17 Одержання 2-карбометокси-6-метокси-(N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-іл)бензолсульфонамід)

Готували суспензію 0,70г (3,5ммоль) 2-аміно-5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину в 15мл сухого ацетонітрилу і при температурі навколишнього середовища, перемішуючи і підтримуючи систему у сухому стані, додавали 1,84г (7,0ммоль) метил 2-хлорсульфоніл-3-метоксибензоату, 0,53г (7,0ммоль) сухого піридину і 0,07г (0,9ммоль) сухого диметилсульфоксиду. Через 18годин додавали ще одну порцію сухого піридину у кількості 0,92г і 0,07г сухого диметилсульфоксиду, через 36 годин - ще 0,92г сухого піридину, а ще через 18годин додавали ще 0,92г сухо-

го піридину і 0,07г сухого диметилсульфоксиду. Ще через 18 годин суміш розводили з допомогою 300мл дихлорметану. Органічну фазу відділяли і промивали двічі по 200мл водою і двічі по 200мл водним розчином 2 н соляної кислоти, сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Жовтувато-коричневий твердий залишок порошували з допомогою діетилового ефіру з метою одержання вказаної у заголовку сполуки у вигляді білої твердої речовини (80% чистоти). Цю тверду речовину хроматографували двічі на колонці із силікагелем, елююючи рухомими фазами дихлорметану, етанолу, оцтової кислоти (що було безуспішно) і потім перекристалізовували з гарячого метанолу. Одержували 0,274г (19% в теорії) блискучих білих голчастих кристалів, які мають температуру плавлення 215-217°C.

Елементний аналіз $C_{16}H_{17}N_5O_7S$

За розрахунком %C, 45,4, % H, 4,05 % N, 16,5, %S 7,57

Знайдено % C, 44,7, % H, 3,96 % N, 16,2, %S 7,93

ЯМР 1H (ДМСО- d_6) 11,76 (s, 1H), 7,60 (t, 1H, J=8,3), 7,28 (d, 1H, J=8,3), 7,05 (d, 1H, J=7,6), 4,07 (s, 3H), 3,88 (s, 3H), 3,81 (s, 3H), 3,78 (s, 3H)

18 Одержання 2,6-диметокси-(N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-іл)бензолсульфонамід)

Готували суспензію 0,80г (4,1ммоль) 2-аміно-5,8-диметокси[1,2,4]триазоло [1,5-с] піримідину в 15мл сухого ацетонітрилу і при температурі навколишнього середовища при перемішуванні і підтримці системи у сухому стані додавали 1,94г (8,2ммоль) 2,6-диметоксибензолсульфонілхлориду, 0,65г (8,2ммоль) сухого піридину і 0,08г (1ммоль) сухого диметилсульфоксиду. Через 24години суміш розводили з допомогою 200мл дихлорметану. Органічну фазу відділяли і промивали двічі по 200мл води і двічі по 200мл водним розчином 2н соляної кислоти, сушили над сульфатом магнію, фільтрували і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Оранжевий твердий залишок розчиняли в 5мл дихлорметану, після чого при перемішуванні по краплях додавали діетиловий ефір. Утворену сіру тверду речовину відділяли відфільтровуванням, промивали простим ефіром і сушили при 50°C під зниженим тиском з метою одержання 1,11г (68% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді бруднувато-білої твердої речовини з температурою плавлення 239-240,5°C.

Елементний аналіз $C_{15}H_{17}N_5O_6S$

За розрахунком % C, 45,6 % H, 4,33 % N, 17,7, %S 7,57

ЯМР 1H (ДМСО- d_6) 11,54 (s, 1H), 7,55 (s, 1H), 7,44 (t, 1H, J=8,4), 6,74 (d, 2H, J=8,4), 4,06 (s, 3H), 3,88 (s, 3H), 3,76 (s, 6H)

19 Одержання 2-метокси-5-метил-(N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідин-2-іл)бензолсульфонамід)

Готували суміш 1,0г (5,1ммоль) 2-аміно-5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-с]піримідину, 2,1г (10ммоль) 2-метокси-5-метилбензолсульфонілхлориду і 15мл сухого ацетонітрилу і до неї при температурі навколишнього середовища при перемішуванні і підтримці систе-

ми у сухому стані додавали 0,8мл (10ммоль) сухого піридину і 71 мкл (1ммоль) сухого диметилсульфоксиду. Суміш перемішували протягом 18годин, після чого додавали ще 1,0г (5,0ммоль) 2-метокси-5-метилбензолсульфонілхлориду. Перемішування продовжували ще протягом 24годин, під час якого додавали ще 0,4мл сухого піридину та 35 мкл сухого диметилсульфоксиду. Після перемішування протягом ще 9 днів леткі речовини видалялись випаровуванням під зниженим тиском. Темний залишок розводили з допомогою 50мл води і 50мл діетилового ефіру, а тверді речовини відфільтровували. Тверді речовини суспендували в дихлорметані і через 2 години перемішування відфільтровували з метою одержання 1,2г (63% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді білого порошку з температурою плавлення 217-219°C.

Елементний аналіз $C_{15}H_{17}N_5O_5S$

За розрахунком % C, 47,5 % H, 4,52 % N, 18,5, %S 8,45

Знайдено % C, 47,7, % H, 4,61 % N, 18,3, %S 8,80

ЯМР 1H (DMCO- d_6) 12,0 (brs, 1H), 8,1 (s, 1H), 7,7 (t, 1H, J=8,2), 7,58-7,52 (m, 2H), 4,08 (s, 3H), 4,1 (s, 3H), 3,9 (s, 3H)

20 Одержання (N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-c]піримідин-2-іл)-2-метокси-4-(трифторметил)піридин-3-сульфонамід)

Готували суміш 0,75г (93,8ммоль) 2-аміно-5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-ф]іримідину, 2,1г (7,6ммоль) 2-метокси-4-(трифторметил)піридин-3-сульфонілхлориду і 10мл сухого ацетонітрилу і при температурі середовища, при перемішуванні та з використанням засобів для підтримки системи в сухому стані додавали 0,61мл (7,6ммоль) сухого піридину, 43мкл (0,6ммоль) сухого диметилсульфоксиду і незначну кількість сухих молекулярних сит 4A. Суміш перемішували протягом 5 днів. Після цього додавали ще 1,0г (3,4ммоль) 2-метокси-4-(трифторметил)піридин-3-сульфонілхлориду і 0,30мл (3,5ммоль) сухого піридину і суміш перемішували ще протягом 2 днів. Додавали ще 0,30мл (3,5ммоль) сухого піридину і перемішування продовжували протягом ще 4 днів. Потім суміш розводили з допомогою 100мл дихлорметану і одержану в результаті суміш промивали двічі по 100мл водним розчином 2N соляної кислоти, сушили над сульфатом магнію і концентрували випаровуванням під зниженим тиском. Твердий жовтуватокоричневий залишок хроматографували на силікагелі, елюючи сумішшю дихлорметану і етанолу з метою одержання 0,90г (54% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді білої твердої речовини з температурою плавлення 214-216°C.

Елементний аналіз $C_{14}H_{13}N_5F_3O_5S$

За розрахунком % C, 38,7 % H, 3,02 % N, 19,4, %S 7,38

Знайдено % C, 38,5, % H, 3,15 % N, 19,4, %S 7,43

ЯМР 1H (DMCO- d_6) 12,3 (brs, 1H), 8,64 (d, 1H, J=5,3), 7,80-7,58 (m, 2H), 4,06 (s, 3H), 3,95 (s, 3H), 3,86 (s, 3H)

21 Одержання 2-метоксикарбоніл-6-метокси-(N-(5-хлор-8-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-a]піридин-2-іл)бензолсульфонамід)

Готували суміш 0,90г (4,5ммоль) 2-аміно-5-хлор-8-метокси[1,2,4]триазоло [1,5-a]піридину і 35мл сухого ацетонітрилу і при температурі середовища, перемішуючи і підтримуючи систему в сухому стані, додавали 2,39г (9,06ммоль) метил 2-хлорсульфоніл-3-метоксибензоату, 0,72г

(9,1ммоль) сухого піридину та 0,071г (0,91ммоль) диметилсульфоксиду. Через 16 годин додавали ще 0,35г (4,5ммоль) сухого піридину і через додаткових 48 годин із суміші шляхом випаровування під зниженим тиском видаляли леткі компоненти. Одержаний залишок розводили з допомогою 50мл дихлорметану та 50мл водного розчину 2N соляної кислоти і суміш інтенсивно перемішували протягом 72годин. Присутні тверді речовини відфільтровували і промивали тричі по 25мл водою, тричі по 10мл дихлорметаном і тричі по 10мл діетиловим ефіром з метою одержання вказаної у заголовку сполуки у вигляді білої твердої речовини. Весь фільтрат та промивні рідини об'єднували і розводили з допомогою 25мл дихлорметану та 25мл водного розчину 2N соляної кислоти в ділільній лійці. Фази розділяли і органічну фазу промивали тричі по 50мл водним розчином 2N соляної кислоти. Після цього її сушили над сульфатом натрію, фільтрували і концентрували шляхом випаровування під зниженим тиском з метою одержання жовтої твердої речовини. Цей твердий продукт суспендували в 5мл дихлорметану і відфільтровували тверді продукти, які швидко промивалися двічі по 5,0мл дихлорметаном та двічі по 15мл діетиловим ефіром з метою додаткового одержання вказаної у заголовку сполуки у вигляді білої твердої речовини. Сумарно вихід вказаної у заголовку сполуки становив 1,09г (56% в теорії), речовина плавилась і розкладалась при 214-216°C.

Елементний аналіз $C_{16}H_{15}N_4ClO_6S$

За розрахунком % C, 45,0 % H, 3,45 % N, 13,1, %S 7,51

Знайдено % C, 44,8, % H, 3,39 % N, 12,8, %S 7,79

ЯМР 1H (DMCO- d_6) 11,60 (s, 1H), 7,62 (t, 1H, J=7,69), 7,24 (m, 2H), 7,05 (m, 2H), 3,92 (s, 3H), 3,83 (s, 3H), 3,77 (s, 3H)

22 Одержання 2-метоксикарбоніл-6-метокси-(N-(5,8-диметокси[1,2,4]триазоло[1,5-a]піридин-2-іл)бензолсульфонамід)

0,871г (2,04ммоль) зразка 2-метоксикарбоніл-6-метокси-(N-(5-хлор-8-метокси[1,2,4]триазоло[1,5-a]піридин-2-іл)бензолсульфонамід) вводили у суху колбу, закриту гумою і корком. Дану речовину розчиняли в 20мл сухого диметилсульфоксиду, який додавали з допомогою канюпи, і з допомогою шприца, перемішуючи, при температурі середовища додавали 1,39мл 6,12M метоксиду натрію в метанолі. Через 16 годин додавали ще 0,050мл розчину метоксиду натрію і на реакцію відводилось ще 18 годин. З метою перетворення розчину у кислий розчин додавали достатню кількість крижаної оцтової кислоти, після чого суміш вливали у 250мл дихлорметану. Одержану в результаті суміш промивали шість разів по 200мл водою, сушили над сульфатом натрію, фільтрували і концентрували шляхом випаровування під зниженим тиском. Одержаний білий твердий залишок розчи-

няли в 600мл дихлорметану і очищали хроматографією на колонці із силкагелем, елюючи сумішами дихлорметану з етанолом, починаючи з об'ємного співвідношення 99/1 із часом збільшуючи об'єм етанолу. Фракції, що містили продукт, об'єднувались і концентрувались випаровуванням під зниженим тиском з метою одержання 496 мг (57% в теорії) вказаної у заголовку сполуки у вигляді бруднувато-білої твердої речовини з температурою плавлення та розкладу 274-276°C

Елементний аналіз $C_{17}H_{18}N_4O_7S$

За розрахунком % C, 48,3 % H, 4,30 % N, 13,3, %S 7,59

Знайдено % C, 48,6, % H, 4,26 % N, 13,1, %S 7,83

ЯМР 1H (DMSO- d_6) 11,33 (s, 1H), 7,61 (t, 1H, J=8,06), 7,28 (d, 1H, J=8,51), 7,02 (d, 2H, J=7,94), 6,42 (d, 1H, J=8,55), 3,98 (s, 3H), 3,85 (s, 3H), 3,82 (s, 3H), 3,75 (s, 3H)

23 Оцінка після сходової гербіцидної активності

Насіння бажаної дослідної культури висаджували у посадкову суміш Grace-Sierra MetroMix® 306, який звичайно властивий рівень pH від 6,0 до 6,8 і вміст органічних речовин якої становить приблизно 30%, у пластмасових горщиках з площею поверхні 64см². За необхідності забезпечення доброго проростання і здоров'я рослин проводили фунгіцидну і/або іншу хімічну чи фізичну обробку. Рослини вирощувались протягом 7-21 днів в теплиці з приблизно 15-годинним фотоперіодом, який підтримували при температурі приблизно 23-29°C протягом дня та 22-28°C протягом ночі. Регулярно додавали підживлювачі та воду, при необхідності додаткове освітлення забезпечувалось за рахунок встановлених на стелі металевих галогенних ламп потужністю 1000Вт. Рослини тестувались після того, як вони досягали першої або другої листової стадії.

Зважену кількість кожної дослідної сполуки, визначену найвищими дослідними концентраціями,

ми, вводили у скляну ємність об'ємом 20мл і розчиняли в 4мл суміші ацетону з диметилсульфоксидом в об'ємному співвідношенні 97/3 з метою одержання концентрованих маточних розчинів. Якщо дослідна сполука повністю не розчинялася, суміш нагрівали і/або диспергували з допомогою ультразвуку. Одержані концентровані маточні розчини розводили водною сумішшю, яка містила ацетон, воду, ізопропіловий спирт, диметилсульфоксид, концентрат рослинного масла Aplus 411F і поверхнево-активну речовину Triton X-155 в об'ємному співвідношенні 48,5/39/10/1,5/1,0/0,02 з метою одержання розпилювальних розчинів відомої концентрації. Розчини, що містять найвищі концентрації дослідних сполук, одержували розведенням 2мл аліквот маточного розчину 13 мілілітрами суміші, а нижчі концентрації одержували розведенням відповідної меншої кількості маточного розчину. Приблизно 1,5мл аліквот кожного розчину відомої концентрації розприскували над кожним горщиком з висадженими в ньому дослідними рослинами, використовуючи пульверизатор DeVilbiss, який діє під дією тиску стисненого повітря, який становить від 2 до 4лси (від 140 до 280кПа), для досягнення рівномірного покриття кожної ділянки. Контрольні рослини обприскувались водною сумішшю у той самий спосіб. У даному тесті при концентрації нанесення 1ч/млн досягали нанесення приблизно 1г/га.

Оброблені рослини та контрольні рослини розміщувались в описаній вище теплиці і заради запобігання вимивання дослідних сполук воду для зрошування подавали знизу. Через 2 тижні стан дослідних рослин порівняно із станом необроблених рослин визначали візуально і вимірювали за шкалою від 0 до 100 відсотків, де 0 відповідає відсутності ураження, а 100 - повному знищенню. Деякі із дослідних сполук, застосовувані концентрації, види дослідних рослин і результати наведені в таблиці 2.

ТАБЛИЦЯ 2

ПІСЛЯСХОВОДА ГЕРБІЦИДНА АКТИВНІСТЬ

Сп. No.	Конц. ч/млн	BWSIK	BWSKB	BWLMQ	BWMLI	BWPIG	BWVEL	BWVIO	BWVBK	BWBIG	BWGFT	BWROX	BWROT
1	125	---	100	99	100	95	99	---	83	50	85	---	55
2	62,5	---	100	95	100	95	75	---	83	80	93	---	70
3	125	---	90	85	99	95	70	---	60	20	70	---	0
4	125	---	97	97	83	90	80	---	70	10	93	---	0
5	31,3	90	85	80	85	100	80	80	80	60	75	---	75
6	15,6	---	98	98	85	100	90	---	90	70	50	---	70
7	62,5	---	100	98	90	80	95	---	---	75	50	---	99
8	125	---	98	95	98	80	95	---	80	85	78	---	90
9	125	---	100	90	90	90	85	---	---	60	75	---	75
10	1,95	100	98	95	70	100	85	80	---	80	75	90	98
11	31,3	80	95	88	90	90	90	75	85	30	75	78	50
12	31,3	90	100	90	80	85	90	85	85	85	85	85	85
13	3,9	85	100	65	88	80	90	80	85	75	85	90	90
14	15,6	100	90	85	90	95	75	85	90	90	90	90	90
15	7,8	75	100	75	88	100	55	85	80	75	75	90	90
16	125	98	98	---	98	100	98	60	88	15	0	78	0
17	15,6	90	100	100	75	98	---	75	65	95	80	93	78
18	3,9	85	100	85	88	95	85	85	90	75	85	90	88
19	7,8	100	100	65	80	100	65	75	80	70	60	85	98
20	250	---	90	95	75	85	100	---	80	30	0	---	20
21	31,3	---	100	99	75	97	75	---	99	50	70	---	60
22	7,8	90	90	---	98	100	95	90	80	50	40	90	78
23	15,6	---	100	99	97	97	99	---	90	75	95	---	95
24	31,3	98	100	70	90	90	90	85	90	50	90	60	80
25	31,3	75	100	85	80	90	75	75	85	65	75	90	80

51

59350

52

26	2.0	90	98	100	78	100	80	78	75	75	50	95	90
27	7.8	88	100	100	80	95	95	70	93	85	78	98	90
28	1.0	80	100	100	78	98	80	80	80	93	--	70	75
29	125	85	98	--	80	100	90	75	20	50	40	85	50
30	7.8	70	100	80	95	90	85	58	80	40	80	85	80
31	15.6	100	100	80	95	80	90	85	80	75	40	80	98
32	31.3	95	98	--	85	95	90	95	60	0	0	30	0
33	7.8	90	95	95	90	95	88	85	85	60	80	85	78
34	7.8	100	100	65	75	95	90	65	100	90	50	80	95
35	125	90	100	95	98	95	98	70	100	60	30	80	95
36	3.9	90	90	100	78	100	70	78	75	60	95	90	90
37	15.6	95	78	100	95	100	90	95	80	78	98	95	90
38	3.9	90	95	100	80	100	90	78	90	85	60	98	98
39	3.9	95	100	100	90	90	70	80	80	70	60	80	78
40	15.6	95	100	100	90	95	90	78	78	65	80	78	78
41	7.8	98	90	95	85	95	90	90	90	85	90	98	80
42	15.6	100	100	78	90	95	90	50	78	75	40	20	75
43	31.3	95	100	30	95	95	95	95	90	50	75	30	55
44	3.9	95	100	55	90	90	78	60	78	45	20	35	60
45	7.8	90	100	55	95	98	60	75	80	35	50	30	0
46	62.5	100	100	75	90	100	100	95	95	70	70	45	55
47	7.8	85	95	100	80	95	80	60	85	55	90	60	80
48	62.5	95	100	78	90	95	98	95	50	90	20	90	30
49	15.6	95	95	100	80	90	90	90	90	65	30	70	90
50	2.0	100	90	70	90	100	70	90	85	--	40	95	85
51	62.5	95	98	70	78	95	50	85	90	90	100	95	100
52	7.8	100	100	65	75	95	95	78	95	78	45	0	70
53	31.3	--	95	60	85	100	90	90	78	90	95	95	95
54	15.6	100	90	80	78	100	55	90	90	100	80	95	95
55	0.5	85	100	100	75	98	75	70	80	45	60	75	80
56	62.5	90	100	80	85	95	90	85	90	80	78	95	90
57	125	95	90	65	80	85	80	45	80	85	50	80	55
58	62.5	95	85	78	85	100	90	90	80	95	78	95	95
59	7.8	100	100	78	80	100	90	95	95	95	25	95	90
60	2.0	95	100	65	60	90	90	60	78	70	80	80	70
61	250	80	95	90	78	70	85	85	85	70	20	30	20
62	31.3	80	90	95	90	100	95	80	85	78	90	90	90
63	31.3	95	90	95	90	100	78	90	90	90	90	95	90
64	31.3	85	85	95	80	90	65	80	80	70	85	70	80
65	15.6	95	95	100	90	100	95	90	90	90	90	95	100
66	62.5	95	60	85	78	90	90	85	90	90	80	90	90
67	31.3	100	70	95	90	85	90	90	80	85	70	90	85
68	62.5	90	70	100	90	100	85	85	78	80	90	90	85
69	31.3	65	55	60	55	85	70	40	90	65	60	65	60
70	7.8	80	100	78	90	95	95	90	70	95	70	90	80
71	7.8	75	95	95	90	90	90	80	70	80	60	90	60
72	15.6	98	95	95	50	90	78	75	90	90	80	95	78
73	15.6	95	80	100	70	70	80	75	90	70	65	90	75
74	2.0	90	80	95	85	100	80	70	78	78	75	85	78
75	2.0	75	100	100	90	90	95	75	90	70	50	70	75
76	31.3	78	90	95	90	100	90	85	85	85	50	100	90
77	15.6	95	90	70	78	95	85	95	95	95	95	95	95
78	15.6	90	78	80	90	100	95	90	95	78	30	80	90
79	250	65	80	80	78	95	75	80	90	80	100	85	90
80	1.0	95	95	100	85	100	80	78	90	70	90	60	70
81	3.9	90	90	95	95	100	90	75	90	78	80	80	95
82	31.3	95	85	75	90	100	90	90	80	80	0	78	78
83	15.6	90	98	80	80	50	35	20	80	0	20	10	0
84	7.8	80	95	95	85	100	85	78	90	70	45	60	78
85	7.8	95	85	60	75	80	90	70	80	78	30	30	80
86	31.3	90	80	95	80	85	70	85	90	65	0	78	78
87	31.3	95	85	80	78	90	90	80	90	80	70	75	90

88	125	95	70	60	90	95	80	80	95	75	40	60	40
89	125	85	90	80	90	90	85	90	90	85	80	80	70
90	62.5	90	90	95	65	90	80	78	90	75	20	80	75
91	125	90	78	70	78	95	80	90	90	80	65	90	90
92	3.9	90	85	90	90	90	75	70	80	70	70	90	78
93	31.3	95	85	95	90	95	65	70	85	60	80	85	78
94	15.6	85	85	95	90	95	85	78	90	78	90	90	75
95	31.3	90	100	30	95	95	95	80	90	78	40	30	45
96	31.3	95	95	60	90	100	90	78	90	90	60	78	80
98	62.5	95	70	60	85	95	90	90	90	90	95	95	95
99	62.5	100	100	100	80	100	80	80	85	78	90	80	78
100	15.6	98	100	100	90	78	60	70	78	50	60	50	40
101	250	90	20	70	78	90	70	50	85	0	0	0	0
102	62.5	85	90	90	90	98	80	60	78	0	50	55	20
103	125	45	75	85	78	78	65	60	90	0	50	75	25
104	125	95	100	95	78	90	95	60	95	0	30	40	20
105	15.6	90	100	100	88	100	90	88	85	88	90	98	90
106	15.6	90	95	80	70	90	75	85	80	90	85	90	90
107	250	80	95	88	60	95	40	75	80	70	50	88	85
108	62.5	90	100	90	65	85	85	80	80	85	70	88	90
109	31.3	90	100	75	85	90	85	70	75	10	20	85	0
110	31.3	95	98	40	90	70	80	55	70	20	0	55	30
111	15.6	85	100	--	40	100	80	90	85	90	50	90	83
112	250	83	100	--	50	100	88	88	80	90	50	90	90
113	250	78	100	90	70	95	60	83	50	70	30	80	75
114	15.6	80	100	--	75	100	50	75	95	88	85	85	80
115	250	88	100	--	50	100	83	88	88	88	20	90	88
116	250	78	90	--	85	100	75	90	70	65	25	90	60
117	7.8	90	100	98	80	95	75	88	80	80	25	88	90
118	15.6	90	100	100	78	98	93	65	95	85	15	85	80
119	125	90	100	--	70	80	80	90	90	60	20	90	90

120	31.3	85	95	95	80	100	85	85	90	80	50	85	80
121	7.8	99	100	100	70	95	78	70	78	55	40	78	75
122	15.6	85	100	--	70	100	80	95	80	50	0	85	25
123	15.6	95	100	--	70	95	85	90	85	75	95	90	95
124	250	78	--	90	50	90	50	60	70	50	30	85	65
125	125	85	100	80	50	90	20	50	80	30	30	85	40
126	15.6	95	100	100	80	100	75	70	78	0	0	55	10
127	7.8	100	90	95	35	95	55	75	90	80	60	90	75
128	15.6	100	90	95	0	95	25	50	70	78	0	70	30
129	7.8	95	95	65	0	95	50	50	80	78	50	65	78
130	62.5	95	90	100	80	95	85	80	85	78	55	85	75
131	15.6	80	95	95	75	95	95	75	90	75	20	90	60
132	31.3	95	100	100	78	95	95	90	95	90	50	85	90
133	15.6	95	85	95	70	100	80	75	78	78	30	90	90
134	7.8	98	100	98	78	90	99	85	90	95	50	95	95
135	31.3	100	90	--	100	100	--	80	75	0	0	70	0
136	3.9	85	100	--	90	100	70	78	90	35	20	78	60
137	125	90	80	60	75	95	65	65	85	95	55	95	80
138	15.6	95	90	90	90	95	90	85	80	55	75	90	65
139	3.9	100	70	100	90	95	90	95	90	80	50	90	90
140	125	95	90	80	95	100	95	85	90	85	40	80	90
141	31.3	85	88	95	90	100	78	85	78	78	88	90	85
142	3.9	95	95	100	80	95	95	95	80	75	50	50	75
143	62.5	90	90	90	90	100	95	78	90	85	90	80	80
144	62.5	90	40	95	78	100	78	60	75	80	80	80	75
145	250	60	50	80	90	100	80	--	80	78	75	78	70
146	7.8	95	40	40	78	80	90	90	85	20	10	70	0
147	31.3	90	85	50	85	70	90	85	80	0	40	90	60
148	31.3	90	90	50	80	70	90	90	70	0	0	0	0
149	31.3	70	90	20	80	30	90	85	85	50	0	50	15
150	3.9	100	80	60	85	90	90	90	75	90	90	70	78

151	62.5	90	80	20	55	65	70	55	75	78	60	78	60
152	125	80	60	20	20	60	20	0	20	10	20	0	20
153	250	--	45	--	80	80	85	0	80	40	70	50	0
154	125	80	90	45	70	80	65	50	80	0	0	30	0
155	31.3	95	85	90	78	95	90	95	100	70	100	90	95
156	7.8	80	90	75	78	95	80	80	90	95	100	100	95
157	31.3	50	80	50	70	80	20	70	60	50	70	80	60
158	15.6	95	90	60	80	80	85	75	95	55	40	55	60
159	15.6	95	90	75	78	100	90	70	90	78	100	95	85
160	62.5	85	90	50	40	90	90	70	90	60	50	80	20
161	31.3	85	70	80	30	60	50	90	80	70	30	90	80
162	62.5	90	85	60	20	80	65	78	95	50	20	70	0
163	62.5	95	80	90	20	95	70	70	80	90	78	90	90
164	31.3	90	80	85	80	100	75	85	80	75	70	90	90
165	31.3	90	95	60	60	90	78	75	85	70	30	95	80
168	15.6	85	90	60	70	85	90	80	95	60	30	0	10
169	125	30	70	60	40	90	70	70	70	80	30	90	80
172	15.6	98	85	90	75	85	80	80	90	90	80	70	45
175	15.6	--	85	85	75	85	55	80	90	95	30	70	90
177	15.6	98	100	--	90	100	90	95	100	75	--	50	25
181	31.3	70	85	85	75	95	70	75	75	70	80	75	20
182	16.5	70	95	0	85	30	85	70	40	65	0	65	75
183	31.3	90	95	85	85	100	90	40	85	80	70	95	75
184	7.8	95	100	95	90	100	100	95	90	70	--	0	0
185	2.0	85	100	95	75	90	75	80	80	30	0	0	0
186	125	75	85	70	75	75	45	70	55	90	45	70	30
187	1.0	95	100	90	80	75	--	0	75	0	65	0	0
188	31.3	80	100	55	75	95	100	80	75	30	30	40	20
189	31.3	--	100	95	75	78	70	75	100	0	20	0	0
190	31.3	70	90	85	60	85	85	75	90	40	80	10	30
191	7.8	60	95	80	80	95	20	75	90	90	75	90	90
192	31.3	--	95	78	55	100	15	20	90	60	30	45	78
193	62.5	--	95	100	25	95	25	20	80	45	30	75	75
194	2.0	80	100	80	80	85	65	75	75	30	25	0	0
195	7.8	75	100	90	90	100	85	80	90	0	75	30	0
196	7.8	100	95	75	75	100	70	85	95	80	70	95	90
197	2.0	90	95	75	80	100	65	75	95	95	100	95	95
198	3.9	90	100	95	70	100	0	60	80	85	30	80	80
199	2.0	75	100	80	80	100	70	80	80	20	20	0	0
200	3.9	100	95	100	90	100	80	95	90	60	80	95	90
201	15.6	--	95	100	60	100	45	75	85	90	75	95	90
202	15.6	95	100	100	100	95	90	85	90	25	40	0	35
203	3.9	95	95	75	55	95	60	25	100	25	0	0	0
204	7.8	100	100	95	80	75	100	80	65	90	55	45	45
205	15.6	95	95	95	95	100	95	80	100	40	20	15	0
206	62.5	95	100	40	85	100	100	85	85	50	0	60	15
208	15.6	100	100	100	85	100	90	100	100	70	70	25	15
209	31.3	100	90	--	70	95	80	85	90	40	--	0	0
210	62.5	95	95	100	90	100	95	100	90	70	--	55	55
211	7.8	95	90	90	80	90	70	90	90	0	--	0	0
212	3.9	100	85	100	40	90	70	90	85	100	70	100	90
215	31.3	80	95	--	95	100	80	75	85	70	60	100	95
216	250	60	40	40	70	70	70	75	80	90	85	90	85
218	31.3	95	95	95	80	95	85	45	85	60	98	85	80

BWCHK= зірочник середній (*Stellaria media*)BWLMO= лобода біла (*Chenopodium album*)BWPIG= щириця звичайна (*Amaranthus retroflexus*)BWVIO= фіалка триколірна (*Viola tricolor*)GWBLG= лисохвіст мишохвостиковидний (*Alopecurus myosuroides*)GWROX= сорго культурне (*Sorghum bicolor*)BWCKB= дурнишник (*Xanthium strumarum*)BWVGL= іпомея плющевидна (*Ipomoea hederacea*)BWVEL= канатик Теофраста (*Abutilon theophrasti*)BWVVK= спорш в'юний (*Polygonum convolvulus*)GWGFT= щетинник Фабера (*Setaria faberi*)GWVGT= вівсюг (*Avena fatua*)

24 Оцінка досходової гербіцидної активності

Насіння бажаних видів дослідних рослин висаджували в ґрунтових матрицях, які одержували змішуванням суглинку, до складу якого входили приблизно 43% мулу, 19% глини і 38% піску, рН якого становив приблизно 8,1, а вміст органічної речовини - приблизно 1,5%, та піску у співвідношенні 70 до 30. Матриці з ґрунтом утримували у пластикових горщиках з площею поверхні 161 см². При необхідності забезпечення гарного проростання і здоров'я рослин проводили фунгіцидну і/або іншу хімічну чи фізичну обробку.

Зважену кількість дослідної сполуки, визначену найвищими дослідними концентраціями, вводили в скляну ємність об'ємом 20 мл і розчиняли у 8 мл суміші ацетону з диметилсульфоксидом в об'ємному співвідношенні 97:3 з метою одержання концентрованих маточних розчинів. Якщо тестова сполука не розчинялася повністю, суміш нагрівали і/або диспергували ультразвуком. Одержані маточні розчини розводили сумішшю води з поверхне-

во-активною речовиною Tween® 155 в об'ємному співвідношенні 99,9:0,1 з метою одержання розчинів для розпилювання відомої концентрації. Розчини, що містять найвищі дослідні концентрації, одержували розведенням 4 мл аликвот маточного розчину 8,5 мілілітрами суміші, а нижчі концентрації відповідно одержували розведенням меншої кількості маточного розчину 2,5 мл аликвот кожного розчину відомої концентрації. Розпилювали над ґрунтом у кожному горщику з висадженими в ньому дослідними рослинами, використовуючи для досягнення рівномірного покриття ґрунту у кожному горщику скляний шприц Cornwall об'ємом 5 мл, оснащений порожнистим наконечником конічної форми TeeJet TN-3. Над контрольними горщиками у той самий спосіб розприскували водну суміш. Найвища концентрація нанесення 4,48 кг/га досягалась при використанні 50 мг дослідної сполуки. Оброблені та контрольні горщики розміщували в теплиці з приблизно 15-годинним фотоперіодом, який підтримував приблизно при температурі 23-29°C протягом дня та 22-28°C протягом ночі. Речу-

лярно додавали підживлювачі та воду і при необхідності додаткове освітлення забезпечувалось за рахунок металевих галогенних ламп потужністю 1000Вт, розташованих на стелі. Воду для зрошування подавали зверху. Через 3 тижні стан дослідних рослин, які проросли і підросли, порівняно із станом пророслих необроблених рослин, які також

виросли, визначали візуально і вимірювали за шкалою від 0 до 100 відсотків, де 0 відповідає відсутності ураження, а 100 - повному знищенню або відсутності проростання. Деякі із дослідних сполук, використовуваних концентрації, види дослідних рослин і результати наведені у таблиці 3

ТАБЛИЦЯ 3

ДОСХОДОВА ГЕРБІЦИДНА АКТИВНІСТЬ

Сп. №.	Конц. кг/га	BWCKB	BWLMQ	BWMGL	BWPIG	BWVEL	BWYPT	BWBLG	BWBRN	BWCRB	BWGFT	BWROX	BWROT
1	0.28	--	--	70	100	50	--	60	40	--	95	--	70
2	0.28	--	--	60	95	40	--	70	100	--	95	--	60
3	0.28	--	--	30	100	0	--	0	70	--	50	--	30
4	0.28	--	--	40	95	40	--	0	60	--	90	--	0
5	0.14	95	98	90	98	90	--	75	90	85	95	95	80
6	0.14	--	--	80	98	95	--	90	90	--	90	--	60
7	0.14	--	--	80	98	85	--	80	70	--	60	--	50
8	0.14	--	--	60	90	60	--	40	70	--	30	--	50
9	0.14	--	--	90	95	85	--	70	90	--	80	--	50
10	0.018	90	90	90	95	90	--	100	100	100	95	100	85
11	0.070	--	95	90	95	90	--	70	90	95	80	98	50
12	0.035	80	100	70	100	80	--	90	90	90	98	95	70
13	0.018	85	98	85	98	80	--	95	98	100	98	100	90
14	0.018	90	98	85	95	80	--	98	98	95	95	98	98
15	0.035	88	98	80	99	80	--	98	95	95	95	95	95
16	0.28	90	--	60	90	60	--	75	80	50	75	90	50
17	0.28	80	--	75	100	85	--	80	98	98	95	100	85
18	0.035	85	99	90	90	90	--	95	99	95	90	98	75
19	0.009	70	--	70	95	85	--	95	78	90	85	95	80
21	0.28	--	--	95	98	90	--	90	95	--	95	--	90
22	0.14	90	90	90	95	98	--	95	90	98	90	100	80
23	0.035	--	--	90	99	85	--	95	98	--	95	--	98
24	0.035	75	98	90	90	85	--	85	90	85	85	99	80
25	0.14	80	98	85	98	70	--	85	80	80	90	100	90
26	0.018	75	95	80	85	85	--	90	95	95	90	100	90
27	0.070	85	100	80	95	90	--	90	98	95	95	100	80
28	0.009	60	100	75	80	80	--	90	90	90	78	90	85
29	0.28	78	90	90	85	85	--	78	78	55	55	90	55
30	0.070	30	95	90	98	90	--	90	80	95	85	95	80
31	0.14	65	100	75	100	85	--	100	95	100	95	100	95
32	0.28	70	--	95	95	80	--	--	70	60	80	95	80
33	0.14	70	100	85	95	78	--	--	90	95	85	95	90
34	0.018	75	78	90	80	85	--	90	70	98	70	90	80
35	0.28	95	98	80	90	90	--	80	85	70	75	95	80
36	0.14	50	100	90	90	80	--	90	90	100	90	100	80
37	0.035	65	90	80	75	85	--	90	98	78	98	100	90
38	0.14	75	85	90	65	90	80	95	65	70	70	100	90
39	0.009	78	95	80	80	78	--	95	65	55	65	70	98
40	0.14	85	98	90	95	95	--	95	100	80	90	100	90
41	0.070	75	100	90	90	90	--	85	100	100	95	100	98
42	0.035	80	90	90	90	90	--	90	95	65	80	70	78
43	0.14	90	100	90	95	95	--	65	78	55	90	78	70
44	0.14	90	90	90	100	95	--	80	80	65	90	85	80
45	0.28	95	100	90	100	90	--	80	95	70	95	85	80
46	0.14	70	85	90	75	98	--	78	98	70	80	70	78
47	0.035	70	80	90	90	78	--	85	90	95	90	98	90
48	0.28	80	80	75	75	85	--	75	75	65	78	98	80
50	0.005	75	95	80	65	78	78	95	85	78	65	85	90
51	0.070	70	78	75	70	78	--	100	85	70	90	100	90
52	0.070	90	--	80	95	100	80	95	95	60	60	78	78
53	0.070	55	75	50	65	55	--	100	95	45	75	100	95
54	0.070	75	100	90	90	90	--	100	100	90	95	95	85
56	0.14	70	90	90	95	78	80	95	95	65	60	100	80
57	0.28	20	85	50	30	50	75	70	40	0	55	60	60
58	0.28	65	100	75	65	85	80	100	95	50	75	100	95
59	0.035	90	100	85	100	95	85	90	90	78	90	100	90

59

59350

60

60	0.035	85	100	78	90	80	90	100	65	80	100	85
61	0.28	45	78	85	65	90	20	65	20	35	90	50
62	0.070	85	100	80	85	85	95	80	100	55	85	90
63	0.070	50	78	90	85	75	85	90	70	65	85	80
64	0.14	100	60	95	60	65	78	60	55	20	55	70
65	0.035	70	90	70	98	85	88	95	98	100	90	80
66	0.14	10	99	50	100	90	70	85	90	100	70	90
67	0.28	80	100	90	100	90	90	95	95	65	90	80
68	0.070	10	95	85	95	85	80	95	75	100	95	80
69	0.14	100	50	20	60	65	50	20	45	40	55	20
70	0.035	70	80	85	80	75	78	95	100	70	75	75
71	0.14	80	90	90	95	90	85	90	80	60	65	85
72	0.070	60	90	60	90	80	90	95	85	100	90	90
74	0.018	75	95	80	98	80	88	95	95	75	78	85
83	0.070	100	100	90	95	90	---	85	95	95	90	85
84	0.070	78	85	90	100	90	---	98	95	80	90	90
85	0.070	75	80	85	95	90	85	90	85	80	55	80
99	0.14	78	95	90	85	80	---	95	95	78	85	85
100	0.28	80	100	90	85	78	---	78	80	80	80	70
101	0.28	0	90	0	85	40	---	40	0	0	20	0
102	0.28	45	95	78	95	75	---	75	55	70	90	50
104	0.28	65	---	70	---	80	85	45	65	60	---	75
105	0.070	90	99	85	98	95	---	95	90	95	95	90
106	0.018	75	95	65	98	65	---	98	93	90	60	88
107	0.28	70	90	75	95	20	---	90	80	50	75	85
108	0.070	75	100	75	100	75	---	90	95	85	70	85
109	0.28	85	98	85	95	85	---	75	95	70	60	70
110	0.28	75	98	85	98	90	---	75	85	75	78	80
111	0.035	90	98	65	95	78	---	90	90	70	78	85
112	0.070	70	100	50	95	50	---	85	90	20	40	80
113	0.28	0	50	0	70	20	---	50	0	0	20	0
114	0.070	90	95	80	95	80	---	90	95	95	95	80
115	0.28	55	100	0	95	50	---	85	70	20	50	40
116	0.28	70	90	70	90	78	---	95	78	40	78	85
117	0.28	80	---	80	95	90	---	---	90	78	85	80
118	0.070	30	100	75	100	90	---	90	90	95	85	90
119	0.28	78	---	50	90	60	---	---	78	45	40	80
120	0.28	80	100	80	95	100	---	---	85	80	78	85
121	0.14	70	100	90	95	85	---	90	90	95	90	85
122	0.28	80	100	90	100	65	---	90	98	90	80	80
123	0.070	80	---	85	95	90	---	---	98	95	90	90
124	0.28	70	100	65	100	70	---	80	90	30	60	50
125	0.28	75	80	50	95	80	---	85	65	60	20	78
126	0.28	78	100	90	100	85	---	78	95	80	70	50
127	0.14	90	100	90	90	85	90	100	95	95	90	80
129	0.035	78	---	78	95	70	80	100	95	70	55	90
130	0.28	65	95	75	90	80	80	90	78	30	60	70
134	0.035	65	100	78	98	78	---	90	90	85	90	85
135	0.28	85	---	90	100	90	---	50	95	65	78	65
136	0.14	80	99	85	95	90	---	90	90	95	95	80
137	0.28	55	55	20	78	75	---	95	75	30	80	80
141	0.14	78	90	40	90	80	80	90	95	95	90	95
143	0.28	90	---	90	95	90	---	90	85	95	98	90
144	0.28	30	---	35	90	78	---	60	65	80	78	70
145	0.28	20	70	50	78	75	---	55	65	20	60	70
151	0.28	55	90	45	70	70	65	95	65	80	98	60
158	0.14	85	100	80	100	85	85	100	100	95	100	75
159	0.14	80	98	80	95	85	90	100	85	98	100	85
162	0.28	90	90	50	100	80	55	75	75	55	40	55
163	0.070	100	100	50	100	65	85	85	80	75	85	75
164	0.14	80	95	80	100	85	85	100	100	85	100	85
165	0.14	90	85	75	90	75	5	95	75	75	90	85

168	0.070	95	98	75	100	100	95	95	90	20	85	75	55
172	0.070	80	85	75	90	80	80	85	85	75	100	75	--
175	0.14	70	45	60	100	70	78	100	60	40	50	100	70
177	0.070	95	100	80	100	90	80	75	100	80	90	70	70
181	0.14	80	80	70	35	65	75	85	40	60	60	85	--
182	0.070	90	85	90	90	80	80	95	85	50	65	85	--
183	0.14	80	100	30	98	75	40	100	100	100	100	100	--
184	0.035	80	98	80	95	85	85	70	90	65	85	65	75
185	0.035	90	100	75	100	95	80	75	75	70	100	70	55
186	0.14	75	90	75	100	80	75	85	75	65	100	100	70
187	0.035	80	90	75	100	80	80	70	90	65	85	70	30
188	0.028	95	100	75	100	95	80	80	75	65	60	85	45
189	0.14	75	85	70	100	75	50	60	55	30	65	60	50
191	0.07	85	100	85	98	75	85	100	100	95	100	100	100
192	0.14	75	60	45	100	65	60	85	70	30	35	90	80
193	0.14	75	85	55	100	70	78	100	70	45	60	100	95
194	0.070	95	95	80	100	90	85	45	80	60	75	80	45
195	0.070	80	90	70	95	75	70	70	100	70	100	60	70
196	0.018	80	75	45	80	75	75	100	75	70	100	85	95
197	0.009	78	80	75	90	80	80	100	98	100	100	100	100
198	0.035	75	100	80	100	80	90	100	85	75	100	100	90
199	0.070	80	90	80	100	90	80	75	75	60	75	70	55
200	0.035	75	95	78	95	80	80	90	85	95	80	98	98
201	0.070	75	80	70	100	80	78	100	100	75	100	100	95
202	0.14	90	100	70	100	90	70	90	90	60	50	50	70
203	0.070	70	100	70	100	70	60	95	90	70	85	90	80
204	0.14	95	100	90	95	70	90	--	95	--	100	95	100
205	0.14	98	95	85	98	85	80	80	75	0	70	75	70
206	0.14	80	95	70	80	80	75	75	60	0	55	80	70
208	0.070	100	100	75	100	85	95	80	100	70	75	70	85
210	0.14	90	90	80	80	75	80	45	70	50	45	70	55

211	0.14	75	95	80	100	80	75	60	80	50	85	60	30
212	0.035	75	100	65	100	75	80	--	75	98	100	100	75
216	0.035	75	85	65	75	70	80	100	85	80	100	100	95
218	0.070	80	90	90	100	75	65	95	70	98	100	100	--

BWCKB= дурнишник (*Xanthium strumarium*)
 BWML= помія пліщовидна (*Ipomoea hederaea*)
 BWVEL= канатик Теофраста (*Abutilon theophrasti*)
 GWBLG= лисохвіст мишохвостиковидний (*Alopecurus myosuroides*)
 GBCRB= росичка криваво-червона (*Digitaria sanguinalis*)
 GWROX= сорго культурне (*Sorghum bicolor*)

BWALQ= побіда біла (*Chenopodium album*)
 BWPIG= щириця звичайна (*Amaranthus retroflexus*)
 BWVPT= мюлочай (*Euphorbia heterophylla*)
 GWBRN= куряче просо (*Echinochloa crus-galli*)
 GWGFT= щетинник Фабера (*Setaria faberi*)
 GWVOT= вівсюг (*Avena fatua*)