

Изобретение относится к химическим способам защиты растений, конкретно, к способу селективного подавления нежелательной растительности с помощью производных сульфамойлмочевины.

Известно использование 1-[[0-метилкарбонил)фенил]-сульфамойл]-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил)мочевины в качестве гербицида. Однако указанное соединение является фитотоксичным, т.е. наряду с сорняками повреждает и полезные растения, например, рис.

Задачей изобретения является снижение фитотоксичности.

Поставленная задача достигается путем довсходовой и послевсходовой обработки листы и стеблей зерновых культур и совместно произрастающих нежелательных растений или почвы, или воды, содержащих семена или других органов размножения указанных нежелательных растений 1-[[0-циклопропилкарбонил)фенил]-сульфамойл]-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил) мочевиной в количестве 0,016 - 1кг/га, причем нежелательными растениями являются куриное просо, широколиственные сорняки и осоки, а зерновыми культурами являются ячмень, пшеница и рис.

Настоящее изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. Получение 1-[[0-[[циклопропилкарбонил)фенил]сульфамойл]-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил) мочевины. В ледяной бане охлаждали до 0,5°C раствор 1,78г (0,0114 моля) 2-амино-4,6-диметоксипиримидина в 50мл дихлорметана, и затем добавляли 1,0мл (1,62г, 0,114 моля) хлорсульфонилизотиоцианата. Реакционную смесь перемешивали в течение 30 минут, и затем медленно добавляли 2,66 о-аминофенилциклопропилкетона (70% реально 0,0114) и 2,6 триэтиламина (0,0187 моля) в 50мл дихлорметана. Полученный раствор перемешивали при окружающей температуре в течение 18 часов.

Реакционную смесь затем упаривали в вакууме, и полученный остаток растворяли в 50мл метанола. Водородный показатель полученного раствора доводили примерно до pH 1 10% - м раствором соляной кислоты, и раствор выдерживали. Из раствора выпадал белый осадок, который отфильтровывали и сушили, получая 3,8г (70%) целевого продукта с точкой плавления 170 - 171°C.

Пример 2. Устойчивость суходольного риса при довсходовом внесении.

Устойчивость (переносимость) риса к соединению по настоящему изобретению при довсходовом внесении иллюстрируется следующим опытом: зерна риса (Tebonnet) высаживали в пастеризованный паром песчаный суглинок из-под лавра американского, содержащий 1,5% органического вещества. Суглинистую почву помещали в пластмассовые сосуды площадью 4дм²/10см². Проводили три параллельных эксперимента. После высадки сосуды увлажняли до полного поглощения и затем опрыскивали с помощью лабораторного распылителя. Испытуемое соединение вносили в виде водно-ацетоновой смеси 50/50об/об, в количествах, эквивалентных норме расхода 1,0, 0,5, 0,25, 0,125, 0,063, 0,032, 0,016 и 0,08кг/га. Обработанные сосуды затем помещали в теплицу на орошаемые полки при нормальных тепличных условиях. Каждый сосуд наблюдали в течение трех-четырех недель и оценивали гербицидный эффект визуальным определением состояния, размера, силы, хлороза, искривления и общего вида растения. Использовалась следующая шкала оценок:

Шкала	Содержание	% подавления (в сравнении с контрольными растениями)
0	Нет эффекта	0
1	Следовой эффект	1-5
2	Слабый эффект	6-15
3	Умеренный эффект	16-29
4	Повреждение	30-44
5	Выраженное повреждение	45-64
6	Гербицидный эффект	65-79
7	Значительный гербицидный эффект	80-90
8	Почти полное уничтожение	91-99
9	Полное уничтожение	100

При изложении результатов настоящего примера используются следующие сокращения.

Сокращения	Содержание
PE	Довсходовая
POST-T	После высадки
BYG	Куриное просо
CYPSE	<i>Cyperus Serotinus</i>
г/га	грамм на гектар
кг/га	килограмм на гектар

Результаты эксперимента приведены в табл.1

Пример 3. Устойчивость риса при обработке после высадки и паводковом орошении.

Устойчивость рассадного риса к послепосадочному внесению гербицида определяли следующим образом: два ростка десятидневной рассады риса (Тебоннет) высаживали в заиленную суглинистую почву в 900 граммовых пластиковых емкостях диаметром 10,5см и не имеющих дренажных отверстий. После высадки емкости заливали паводковой водой и поддерживали уровень воды на 1,5 - 3см выше поверхности почвы. Через три дня после пересадки залитую поверхность почвы в емкостях обрабатывали водно-ацетоновой смесью 50/60об/об., содержащей испытуемые соединения в количествах, которые обеспечивали норму расхода 1,0, 0,5, 0,25, 0,125, 0,063, 0,032, 0,016 и 0,008кг/га активного компонента. Подвергнутые обработке гербицидом емкости помещали на полки теплицы, увлажняли таким образом, чтобы уровень воды поддерживался на указанном выше уровне, и выдерживали при нормальных для теплицы условиях. Через три-четыре недели после обработки испытания прекращали, осматривали каждую емкость и, гербицидный эффект оценивали в соответствии с принятой шкалой. Результаты приведены в табл.2.

Пример 4. Довсходовое регулирование сорняков при орошении паводковыми водами.

Следующим образом определяли довсходовую гербицидную активность при условиях орошения паводковыми водами относительно куриного проса и *Сyperus serotinus*: семена куриного проса или клубни *Сyperus serotinus* высаживали в верхний слой заиленной суглинистой почвы на глубину 0,5см в 900 граммовые пластиковые емкости диаметром 10,5см и не имеющие дренажных отверстий. Добавляли в емкости воду так, чтобы она находилась на 1,5 - 3см выше поверхности почвы в течение всего эксперимента. Испытуемые соединения вводили непосредственно в паводковую воду в виде водоацетоновой смеси 1 : 1об/об из расчета нормы расхода активного компонента 1,0, 0,5, 0,25, 0,125, 0,063, 0,032, 0,016 и 0,008кг/га. Гербицидом обработанные емкости устанавливали на полки теплиц и выдерживали при нормальных условиях в теплице. Через 3 - 4 недели после обработки эксперимент завершали, и проводили осмотр каждой емкости. Гербицидный эффект оценивали по принятой шкале.

Пример 5. Оценка безопасности для риса и величина регулирования сорняков.

Безопасная норма для риса отвечает наивысшей норме расхода (г/га), при которой гербицидный эффект составляет величину 0 или 1. Норма расхода для регулирования сорняков представляет собой ту величину (г/га), при которой гербицидный эффект по приведенной выше шкале соответствует 8 или 9.

Соединение	Безопасная норма для риса, г/га		Норма регулирования, г/га	
	РЕ	РОС-Т	ВУГ	СУСЕ
1-[[о-(циклопропилкарбонил)фенил]сульфамонил]-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил)мочевина	63	500	32	16

Пример 6. Пределы селективности.

Селективный предел представляет собой величину безопасной нормы расхода для риса (г/га), деленную на норму расхода для регулирования каждого вида сорняков (куриного проса и *Сyperus serotinus*). Величину предела рассчитывали по норме безопасного расхода при довсходовом регулировании. Хотя метод довсходового высевания не использовался при орошаемых паводковыми водами условиях, такой метод является более экстремальным для оценки физиологической толерантности риса к этим гербицидам, так как растения риса подвергаются действию гербицидов от момента прорастания семян.

Пределы селективности				
Соединение	После пересадки риса, г/га		Довсходовая для риса, г/га	
	ВУГ	СУСЕ	ВУГ	СУСЕ
1-[[о-(циклопропилкарбонил) фенил]сульфамонил]-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил)мочевина	16	32	2,0	4

Пример 7. Регулирование широколиственных сорняков и устойчивость пшеницы и ячменя при послевсходовой обработке.

Следующими экспериментами демонстрируется послевсходовая гербицидная активность и селективность в отношении ячменя и пшеницы: семена или органы размножения каждого вида растения высаживали в отдельные горшочки с искусственной почвой для теплиц, состоящей из торфяного мха, вермикулита, песка и древесного угля (Метромикс 350). Растения помещали примерно на две недели в теплицу. Затем растения опрыскивали водным ацетоновым раствором, содержащим испытуемое

соединение в количестве, отвечающем норме расхода примерно 0,004 - 2,0кг/га. Растворы также содержали примерно два молярных эквивалента диэтиламина на молярный эквивалент испытуемого соединения, для облегчения растворимости испытуемого соединения в водно-ацетоновом растворе.

Растворы также содержали 0,25% активатора распыления, такого как алкиларилполиоксиэтиленгликоль плюс свободная жирная кислота и изопропанол.

После опрыскивания растения помещали на полки теплиц и поддерживали стандартные условия в теплице. Через 3 - 5 недель после обработки контролировали каждый горшочек и по приведенной выше шкале оценивали гербицидный эффект. Для определения устойчивости зерновых злаков для каждой обработки использовали по три горшочка, приводимые ниже данные есть средние величины трех измерений. Используемые в экспериментах виды культурных растений и сорняков.

Сельскохозяйственные культуры	
Бытовые названия и разновидность	Научное название
Рис, разновидность Tebonnet	Oryze sativa
Ячмень, разновидность, Barberouse	Hordeum vulgare
Ячмень яровой, разновидность Bonanza	Hordeum vulgare
Пшеница озимая, разновидность Fidel	Triticum aestivum
Пшеница яровая, разновидность Katerwa	Triticum aestivum
Пшеница твердая, разновидность Wakooma	Triticum aestivum

Виды сорняков		
Сокращения	Бытовое название	Научное название
BYG	Куриное просо	Echinochloa crus-galli
CYPSE	Плоская осока	Cyperus serotinus
GALAP	Подмаренник	Galium aparine
STEME	Звездчатка средняя	Stellaria media
TAROF	Одуванчик аптечный	Taraxacum officinale
KCHSC	Кочия	Rochus scoparia
VIOAR	Фиалка полевая	Viola arvensis
PAPSS	Мак	Papaver sp.
MATIN	Ромашка непахучая	Matricaria inodora
PRUVA	Черноголовка обыкновенная	Prunella vulgaris
VERSS	Вероника	Veronica sp.

Устойчивость зерновых культур и их разновидностей при послевсходовой обработке 1-[[0-(циклопропилкарбонил)фенил]сульфамоил]-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил) мочевиной.

Визуальная оценка эффективности гербицида в соответствии со шкалой эффективности, приведенной выше, приведена в табл.3 и 4.

Пример 8. В примере 8 произведена сравнительная оценка гербицидного действия и фитотоксичности в отношении риса известного и заявленного соединения, используемого в способе.

Таблица 1

Селективность по рису (Довсходовая)

Соединение	Расход. кг/га	Оценки гербицидного эффекта
1-[[о-(циклопропилкарбамоил)-фенил]- сульфамоил]-3-(4,6-ди-метокси-2-пири- мидинил)мочевина	1.00	7
	0.50	7
	0.25	5
	0.125	1
	0.063	0
	0.032	0
	0.016	0
	0.08	0

Таблица 2

Обработка после пересадки, при орошении

Соединение	кг/га	BYG	CYPSE	Рис
1-[[о-(циклопропилкарбонил)фенил]-сульфамоил]- 3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил) мочеина	1,0	9	9	3
	0,5	9	9	1
	0,125	9	9	0
	0,063	8	9	0
	0,032	8	8	0
	0,016	5	8	0
	0,008	2	—	0

Таблица 3

Эффективность гербицида

кг/га	Озимые		Твердая пшеница Warooma	Яровые	
	ячмень Barberouse	пшеница Fidel		пшеница Katerwa	ячмень Bonanza
2.0	5.3	3.7	3.7	4.0	5.3
1.00	4.0	2.7	3.0	2.3	4.3
0.500	3.7	2.7	2.3	3.0	4.0
0.250	2.3	1.7	0.7	1.7	3.7
0.125	1.7	1.0	0.0	1.3	2.7
0.063	0.7	0.0	0.3	0.0	1.3
0.032	0.3	0.0	0.0	0.0	0.3

Таблица 4

Регулирование сорняков при послевсходовой обработке 1-[[о-циклопропилкарбонил]-фенил]сульфамоил}-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил)мочевиной

Норма расхода, кг/га	Виды сорняков								
	CALAP	STEME	TAROF	KCHSC	VIOAR	PAPSS	MATIN	PRUVA	VERSS
0,125	9	0	9	4	0	6	9	9	9
0,063	9	0	9	3	0	8	8	9	9
0,032	9	0	5	0	0	6	9	9	3
0,016	8	0	4	0	0	6	9	9	3
0,008	7	0	4	0	0	4	7	9	0
0,004	4	0	0	0	0	2	5	8	0

Таблица 5

Сравнительная предвсходовая гербицидная оценка

Соединение	Фитотоксичность				Подавление
	Расход, кг/га	рис (Коши)	рис (Тебо)	рис (Транс)	осока
1-[[о-(метилкарбонил) фенил]-сульфамоил}-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил) мочевины (США 4969695)	0,125	7,2	6,0	4,2	7,0
	0,063	4,6	4,4	2,5	6,0
	0,032	5,0	4,0	2,0	6,0
	0,016	3,0	2,0	4,0	0,0
1-[[о-(циклопропилкарбонил) фенил]сульфамоил}-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил) мочевины (настоящее изобр.)	0,125	2,9	2,4	2,0	9,0
	0,063	1,0	1,1	2,3	8,0
	0,032	1,3	1,3	1,5	9,0
	0,016	0,8	0,5	3,0	4,0