



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1380618** **A3**

(51)4 C 07 C 51/41, 63/70

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К ПАТЕНТУ

(21) 3979502/23-04

(22) 25.11.85

(31) 674628

(32) 26.11.84

(33) US

(46) 07.03.88. Бюл. № 9

(71) Велсикол Кемикал Корпорейшн  
(US)

(72) Рита С.Джоунс, Майкл Т.Чирчи-  
рильо и Джонни Л.Бёрнс (US)

(53) 547,581.2,07.(088.8)

(56) Патент США № 3013054,  
кл. 260-473, опублик. 1961.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СОЛИ 2-(2-ГИД-  
РОКСИЭТОКСИ)ЭТИЛАМИНА И 3,6-ДИХЛОР-  
-2-МЕТОКСИБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

(57) Изобретение касается аминных солей кислот, в частности получения соли 2-(2-гидроксиэтокси)этиламина и 3,6-дихлор-2-метоксибензойной кислоты (САК), которая, как гербицид, может быть использована в сельском хозяйстве. Цель - создание более активных веществ указанного класса. Синтез САК ведут реакцией амина и кислоты при перемешивании до полного растворения и получения соли с т.пл. 76-78°C. Применение САК ведут в виде водного раствора при расходе соли в дозе 141,75 - 1134 г/га. Степень подавления, например, пенсильванской персикаргии в кукурузе составляет через 12 дней после нанесения 85-100%. 6 табл.

(19) **SU** (11) **1380618** **A3**

РГБ

Изобретение относится к органическому синтезу, конкретно новой соли 2-(2-аминоэтокси)этанольной соли 3,6-дихлор-2-метоксибензойной кислоты (Дикамба), обладающей гербицидным действием.

Целью изобретения является разработка на основе известного метода способа получения нового соединения, обладающего улучшенными гербицидными свойствами.

Как было установлено, соль 2-(2-гидроксиэтокси)этиламина и DICAMBA (3,6-дихлор-2-метоксибензойной кислоты) снижает летучесть и улучшает другие не очень удачные свойства DICAMBA, не затрагивая полезных гербицидных свойств этого соединения.

Сущность изобретения иллюстрируется следующими примерами.

**Пример 1.** DICAMBA (22,1 г; 0,10 моль) и воду (100 мл) помещают в химический стакан. К перемешиваемой смеси прибавляют 2-(2-гидроксиэтокси)этиламин (10,5 г; 0,10 моль) и перемешивание продолжают до растворения твердых соединений. Мутный раствор два раза промывают хлористым метилом, фильтруют, выпаривают на ротонном испарителе, отпаривают под вакуумом и получают целевой продукт — соль 2-(2-гидроксиэтокси)этиламина и DICAMBA (32,3 г). Продукт имеет т.пл. 76–78°C. Ниже представлены результаты элементного анализа:

Вычислено, %: C 44,19, H 5,25; N 4,29; Cl 21,74; H<sub>2</sub>O 0.

Найдено, %: C 43,87; H 5,28; N 4,30, Cl 21,09; H<sub>2</sub>O 0,74.

При реальном применении соль используют в виде раствора, содержащего 1814,4 г соли 2-(2-гидроксиэтокси)этиламина DICAMBA на 4 л воды. Этот раствор легко получать по методике, описанной в представленном ниже примере, смешивая DICAMBA, амин и воду. Нужную концентрацию соли получают добавлением к раствору достаточного количества воды. Для того, чтобы показать гербицидную эффективность нового соединения по данному изобретению была проведена серия испытаний и результаты сравнены с результатами применения известной диметиламмониевой соли DICAMBA (DMA).

В каждом случае испытуемые соединения наносят разбрызгиванием на растения по стандартной методике ис-

пытания гербицидов после прорастания. При этом были получены следующие результаты.

**Пример 2.** Подавление пенсильванской персикарии в кукурузе (табл. 1).

**Пример 3.** Подавление ширицы гибридной в сорго (табл. 2).

**Пример 4.** Подавление ширицы гибридной в сорго (табл. 3).

**Пример 5.** Подавление ширицы в сорго (табл. 4).

Для того, чтобы показать пониженную летучесть 2-(2-аминоэтокси)этанольной соли DICAMBA по сравнению с летучестью коммерческой диметиламинной соли DICAMBA, с этими соединениями были проведены эксперименты.

**Пример 6.** Получают диметиламинную соль 14<sub>c</sub>-DICAMBA (DMA) и 2-(2-аминоэтокси)этанольную соль 14<sub>c</sub>-DICAMBA. Соединения наносят на стеклянные чашки Петри в концентрации приблизительно 1134 г/га и выдерживают при 30°C и относительной влажности 70–90%. Образцы отбирают через 0, 2, 5, 15 и 30 дней для определения количества радиоуглерода, оставшегося в чашках Петри, и получают следующие результаты (табл. 5).

При 50°C определяют химическую стабильность соли DICAMBA по изобретению и получают следующие результаты:

Время, дни	DICAMBA, %
0	39,6
7	40,1
14	39,9
28	39,5
56	39,4
84	39,5

Дикамб в настоящее время используется коммерчески в форме диметиламинной соли (DMA). Как можно видеть из описания к данной заявке, предлагаемая соль используется как гербицид, причем в более низких дозах, чем известная соль. Так например, доза использования соединений по изобретению составляет 141,75 г/га, что вызывает 85%-ное подавление пенсильванской перекарии в кукурузе, в то время как известная соль обеспечивает только 40%-ное подавление при такой же дозе. Кроме того, предлагаемая соль более устойчива при дозе 145,75 г/га она обеспечивает 84%-ное подавление ширицы гибридной

в сорго после 10 дней, 40%-ное подавление после 31 дня и 31%-ное подавление после 49 дней (пример 2), в то время как известная диметиламмониевая соль обеспечивает 73%-ное подавление при той же дозе. После 10 дней, 0%-ное подавление после 31 дня или 0%-ное подавление после 49 дней (пример 3).

Более того, данные примера 6 демонстрируют, что предлагаемая соль более стабильна и менее летуча по сравнению с известной диметиламмониевой солью D[СAMBA. Низкая летучесть является отдельным преимуществом; более летучее соединение будет мигрировать с поля, на которое оно нанесено, на соседние с кукурузой поля и будет повреждать их, например, соевые поля, для которых соли D[СAMBA очень вредны. Однако соединение с меньшей летучестью будет больше сохраняться на культуре, например кукурузе с достаточным проникновением, на обработанных полях, чтобы уничтожить перечисленные в заявке сорняки.

Ниже приводятся сравнительные данные предлагаемой соли с соответствующей солью 2-(2-гидроксиэтиламина и дикамба, которая является наиболее близкой к известной по сравнению со всеми другими солями.

Предлагаемый ниже пример 7 показывает, что предлагаемая соль является более предпочтительной по сравнению с известной в части летучести.

Пример 8 показывает преимущество предлагаемой соли по сравнению с известным, таким как реанит, способствующий вызреванию сахарного тростника с высокой чистотой сока.

Пример 7. Растения соевых бобов располагают по соседству, но не в непосредственной близости, а чашками Петри, на которые нанесены соответственно, либо известная соль 2-(2-гидроксиэтиламина и D[СAMBA, либо предлагаемая соль.

В табл. 6 ниже показано фитотоксическое действие указанных соединений. Можно видеть, что % поражения соевых бобов со стороны соли 2-(2-гидрокси-

этиламина значительно выше, чем со стороны предлагаемого соединения при одинаковом времени контакта, следовательно, предлагаемое соединение менее летучее, чем известная соль (AE+).

Пример 8. Растения сахарного тростника подвергают воздействию соли 2-(2-гидроксиэтокси)этиламина и DICAMBA или соли 2-гидроксиэтиламина DICAMBA. Затем тростник подвергают испытанию на контроль чистоты сока или % растворимого твердого вещества, чем является тростниковый сахар. Предложенная соль дает увеличение 9,26%, в то время как известная соль дает увеличение только 4,27%.

Результаты показывают, что соединение по предлагаемому изобретению обладает более низкой летучестью, чем ранее известные соли DICAMBA, превосходной химической стабильностью и пригодно в качестве гербицида.

Кроме того, соль 2-(2-гидроксиэтокси)этиламина и DICAMBA уникальна с точки зрения ее высокой растворимости в воде. Практически легко получить раствор, содержащий 2721,6 г соли в 4 л воды. Это позволяет легко готовить высококонцентрированные растворы без необходимости прибавлять добавки или растворители.

Кроме того, соль легко растворима в таких органических растворителях, как бутилцеллозольв, 2-этил-1-гексанол и циклогексанон. Это позволяет составить рецептуру эмульгируемых концентратов, содержащих указанное выше количество соли на 1 л растворителя.

Ценным является также тот факт, что соль по предлагаемому изобретению обладает запахом.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения соли 2-(2-гидроксиэтокси)этиламина и 3,6-дихлор-2-метоксибензойной кислоты, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что 3,6-дихлор-2-метоксибензойную кислоту подвергают взаимодействию с 2-(2-гидроксиэтокси)этиламином.

Т а б л и ц а 1

Соединение	Доза нанесения, г/га	Подавление, %, через 12 дн. после нанесения
Соль по предлагаемому способу	141,75	85
То же	283,5	85
"	567	90
"	1134	100
DMA	141,75	40
"	283,5	85
"	567	93
"	1134	98

Т а б л и ц а 2

Соединение	Доза нанесения, г/га	Подавление, %, через следующее количество дней после нанесения		
		10	31	49
По предлагаемому способу	141,75	84	40	31
"	283,5	98	92	84
"	576	97	85	79
"	1134	98	84	86
DMA	141,75	73	0	0
"	283,5	72	26	43
"	576	88	60	71
"	1134	98	89	77
Контроль		0	0	0

Т а б л и ц а 3

Соединение	Доза нанесе- ния, г/га	Подавление, %, через следующее количест- во дней после нане- сения	
		43	92

По предлага-  
емому спо-  
собу

141,75

89

88

То же

283,5

91

93

—"

576

97

95

—"

1134

99

98

DMA

141,75

83

75

—"

283,5

82

89

—"

576

87

88

—"

1134

94

94

Контроль

0

0

Т а б л и ц а 4

Соединение	Доза нанесе- ния, г/га	Контроль, %, через следующее количество дней после нанесения	
		7	51

По предла-  
гаемому  
способу

141,75

70

99

—"

283,5

90

98

—"

576

87

96

—"

1134

90

99

DMA

141,75

57

91

—"

283,5

80

99

—"

576

83

96

—"

1134

90

99

Контроль

0

0

Т а б л и ц а 5

Соединения, %	Дни					Время полу- жизни, дней
	0	2	7	15	30	
Предлага- емое	99,42	99,25	97,63	100,71	97,01	1257
DMA	91,52	87,16	90,35	90,42	79,86	180

Т а б л и ц а 6

Время экс- позиции, ч	Повреждение, %	
	Предлага- емое сое- динение	(AE <sub>+</sub> )
1,5	0	0
18	0	50
22	10	70

Редактор Г.Гербер      Составитель А.Евстигнеев  
Техред Л.Олийник      Корректор Л.Пилипенко

Заказ 994/59      Тираж 370      Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г.Ужгород, ул.Проектная, 4