



УКРАЇНА

(19) UA (11) 37197 (13) C2

(51) 7 A01N47/34//A01N47/34, 43:40,
43:12, 43:10, 39:04, 37:40)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ГЕРБИЦИДНА КОМПОЗИЦІЯ

(21) 93003715

(22) 12.11.1993

(24) 15.05.2001

(31) 93050547

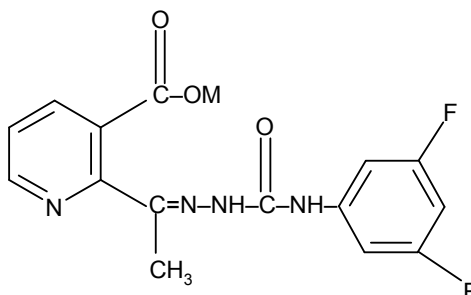
(32) 05.11.1993

(33) RU

(46) 15.05.2001, Бюл.№ 4, 2001 р.

(72) Андерсон Річард Джеймс (US), Клаудсдейл
Іан Стюарт (GB), Харр Йост (CH), Ламоро Роберт
Джеймс (US), Шефер Крістін Джойс Петерсон (US)
(73) НОВАРТИС АГ (CH)

(56) Заявка EP 258182, кл. C 07 D 275/02, 1988.

(57) 1. Гербицидная композиция, включающая в
качестве активного ингредиента соединение об-
щей формулы I

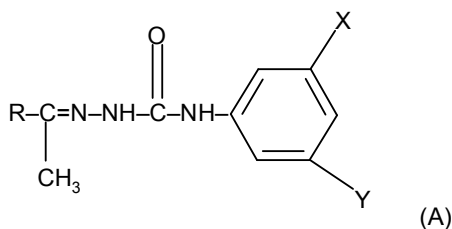
где М представляет собой водород или солеобра-
зующий фрагмент, выбранный из катиона натрия
или 2-(2-гидроксиэтокси)этиламмониевого катио-
на, **отличающаяся** тем, что она дополнительно
содержит второй гербицид, выбранный из группы
дикамба, 2,4-Д, диметенамид, флуроксипир, кло-
пиралид, паракват, этофумезат или хинклолак,
при массовом отношении 1:200–9:1.

2. Гербицидная композиция по п. 1, **отличающаяся**
тем, что соединение формулы I выбирают из группы,
включающей 2-(2-гидроксиэтокси)этиламмониевую
соль 4-(3,5-дифторфенил)-семикарбазон 2-ацетил-
никотиновой кислоты (а) или натриевую соль 4-(3,5-
дифторфенил)-семикарбазон 2-ацетилникотиновой
кислоты (е) и другой гербицид представляет собой
дикамба (z), диметенамид (у) или 2,4-Д (х).

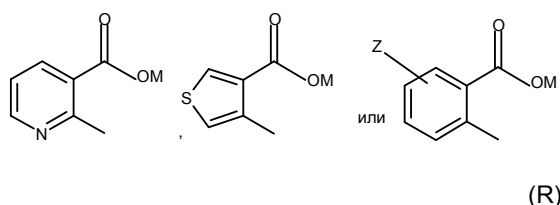
Настоящее изобретение относится к ис-
пользованию ингибиторов транспортировки аук-
сина в качестве потенциализаторов или усили-
телей гербицидов, также, как к совместному
применению таких ингибиторов транспортиров-
ки ауксина и гербицидов, к композициям, содер-
жащим по меньшей мере один ингибитор транс-
портировки ауксина в комбинации по меньшей
мере с одним гербицидом, и к использованию
композиций для борьбы или контролирования
роста нежелательных растений и для регулиро-
вания роста растений.

Ингибиторы транспортировки ауксина
представляют собой соединения, которые сами
являются гербицидами и действуют путем ин-

гибирования трансмембранного перемещения
ауксина, который аккумулируется в клетках и
влияет на рост растений. Примерами ингибито-
ров транспортировки ауксина являются, напри-
мер, напалам, TIBA [2,3,5-триидобензойная
кислота] и ДРХ 1840 [3,3а-дигидро-2-/п-
метоксифенил/-8Н-пиразол- /5,1-а/-изоиндол-8-
он] [см. E.M. Beyer. Jr. и др., Plant Physiol., 50,
322/1972; E.M. Beyer и др., Plant Physiol., 57,
839/1976/] и семикарбазоны, такие как описан-
ные в патентах США 5098462 и 5098466, а так-
же в европейском патенте А-219451. Особенно
предпочтительными ингибиторами транспор-
тировки ауксина в практике изобретения являют-
ся соединения формулы (А):



где X и Y, независимо друг от друга, обозначают водород, фтор или хлор, и R обозначает группу:



где Z обозначает водород, фтор или хлор, а M обозначает водород или солеобразующую составляющую, например, катион щелочного металла или необязательно замещенный катион аммония.

Соединения формулы (A) в целом раскрыты, например, в патентах США 5 098 462 и 5 098 466, а также в европейской патентной заявке 219451, также как способы их получения, их использование в качестве гербицидов и регуляторов роста растений и содержащие их гербицидные и регулирующие рост растений композиции. В этих патентах не указана специфическая группа соединений формулы (A) или их потенциализирующая активность.

Термин "гербициды", используемый здесь, относится к соединениям, которые пригодны для борьбы или контролирования роста нежелательных растений. Этот класс соединений может быть разделен на подклассы в соответствии с первичным типом или способом действия гербицида на растение. Например, согласно G.F. Warren of Purdue University, Indiana, США, гербициды могут быть классифицированы как ингибиторы транспортировки ауксина, рострегулирующие гербициды, ингибиторы фотосинтеза, пигментные ингибиторы, ингибиторы роста, ингибиторы синтеза аминокислот, ингибиторы биосинтеза липидов, ингибиторы биосинтеза стенок клеток, быстрые разрушители мембранных клеток, также, как "смешанные" гербициды, которые не подходят ни под одну из вышеуказанных категорий (включая рострегулирующие гербициды, т.е. агонисты ауксина).

Согласно настоящему изобретению, неожиданно было обнаружено, что ингибиторы транспортировки ауксина, которые обычно в действительности являются высокоэффективными гербицидами, потенциализируют активность других гербицидов при совместном нанесении с ними. Согласно изобретению под гербицидами понимают как включающие десиканты и дефолианты.

Потенциализация относится к взаимодействию ингибитора транспортировки ауксина с гербицидом, так, что активность становится больше, чем предсказанная активность, базирующаяся на наблюдаемой для ингибитора транспортировки ауксина гербицида по отдельности активности. Та-

ким образом, совместное применение дает в результате гербицидную активность, которая значительно выше аддитивной эффективности индивидуальных активных веществ.

Эта потенциализация проявляется в разных формах. Так, совместное применение делает пригодным использование норм, употребляемых для ингибиторов транспортировки ауксина [ингибитора транспортировки ауксина] и/или гербицидов [гербицида], которые недостаточно эффективны, если эти компоненты используют индивидуально, или облегчает контролирование различных типов сорняков, которые нельзя контролировать путем использования отдельно каждого индивидуального активного ингредиента при тех же нормах, как и в смеси.

Кроме того, совместное применение имеет результатом гербицидную активность, которая значительно выше аддитивной эффективности индивидуальных активных веществ. Сверх того, ингибиторы транспортировки ауксина при этом применении способны увеличивать эффективность гербицида, так, что максимальный уровень борьбы или регулирования роста для данной применяемой нормы гербицида возрастает, или, альтернативно, используемая норма гербицида, дающая оптимальный эффект в борьбе или регулировании роста, может быть снижена.

Под совместным применением понимают одновременное или немедленное последовательное нанесение [например, в пределах 24-х часов], применение в виде Tank — смеси или применение [нанесение] фиксированной комбинированной предварительной смеси [премикса].

Не ограничивающие объема охраны изобретения примеры гербицидов, которые могут быть потенциализированы путем использования ингибиторов транспортировки ауксина, особенно соединений формулы (A), согласно изобретению, включают:

1) другие ингибиторы транспортировки ауксина, например, напталам;

2) регуляторы роста, включающие: а) бензойные кислоты, например, дикамба; б) фенокси-кислоты, как i / типа уксусной кислоты, например, 2,4-D, MCPA; ii / типа пропионовой кислоты, например, 2,4-DP, MCPP; iii / типа масляной кислоты, например, 2,4-DB, MCPB; в) пиколиновые кислоты и родственные соединения, например, пиклорам, триклопир, флуроксипир, клопиралид;

3) ингибиторы фотосинтеза, включающие: а) S-триазины, как i / хлорзамещенные, например, атразин, симазин, цианазин; ii / метоксизамещенные, например, прометон; iii / метилтиозамещенные, например, аметрин, прометрин; б) другие триазины, например, гексазинон, метрибузин; в) замещенные мочевины, например, диурон, флорметурон, линурон, тебутиурон, тидиазурон, форхлорфенурон; г) урацилы, например, бромацил, тербацил; другие, например, бентазон, десмидефам, метазол, фенмедифам, пропанил, пиразон, пиридат;

4) пигментные ингибиторы, включающие: а) пиридазины, например, норфлуразон; б) изоксазолы, например, кломазон; в) трикетоны и циклические дионы типа, описанного в патентах США 4 695 673; 4 921 526; 5 006 150; 5 089 046; и евро-

пейских патентах А-338992; А-394889 и А-506 907, содержание каждого из которых здесь включено путем ссылки, включающие, например, 2-(2-хлор-4-метилсульфонилбензоил)-1,3-циклогександион (сулкотрион);

2-(4-метилсульфонилокси-2-нитробензоил)-4,4,6,6-тетраметил-1,3-циклогександион;

3-(4-метилсульфонилокси-2-нитробензоил)-бицикло[3.2.1]-октан-2,4-дион;

3-(4-метилсульфонил-2-нитробензоил)-бицикло[3.2.1]-октан-1,4-дион;

4-(4-хлор-2-нитробензоил)-2,6,6-триметил-2Н-1,2-оксазин-3,5(4Н, 6Н)-дион;

4-(4-метилтио-2-нитробензоил)-2,6,6-триметил-2Н-1,2-оксазин-3,5(4Н, 6Н)-дион;

3-(4-метилтио-2-нитробензоил)-бицикло[3.2.1]-октан-2,4-дион;

4-(2-нитро-4-трифторметоксибензоил)-2,6,6-триметил-2Н-1,2-оксазин-3,5(4Н, 6Н)-дион;

г) другие, например, амитрол, флуридон;

5) ингибиторы роста, включающие: а) митотические разрушители: i/ динитроанидины, например, трифлуралин, продиамин, бенефины, эталфлуралин, изопропалин, оризалин, пендиметалин; ii /другие, например, DCPA, дитиопир, тиазапир, пронамид; б) ингибиторы роста появившихся проростков: i /тиокарбаматы, например, ЕРТС, бутилат, циклоат, молинат, пебулат, тиобенкарб, триаллат, вернолат; в) ингибиторы исключительно укоренения проростков, например, бенсулид, апропамид, сидурон; г) ингибиторы укоренения и роста проростков, включающие: хлорацетамиды, например, алахлор, ацетохлор, метолахлор, диэтилат, пропахлор; и тиофенамиды, такие, как диметенамид [2-хлор-N-/1-метил-2-этокси-этил-N-/2,4-диметил-тиен-3-ил/-ацетамид; см. патент США 4 666 502], и другие, например, цинметилин;

б) ингибиторы синтеза аминокислот, включающие: а) глифозат, глюфофинат; б) сульфомочевины, например, метсульфурон, метсульфурон-метил, этаметсульфурон, никосульфурон, триа-сульфурон, примисульфурон, бенсульфурон, хлоримурон, хлоримурон-этил, хлорсульфурон, сульфометурон, тифенсульфурон, трибенурон, трифлусульфурон, клопирасульфурон и пиразасульфурон; в) сульфонамиды, например, флуметсулам /DE 498/; г) имидазолиноны, например, имазаквин, имазаметабенз, имазапир, имазэтапир;

7) ингибиторы биосинтеза липидов, включающие: а) циклогексадионы, например, сетоксидим, клетодим; б) арилоксифеноксизы, например, флуазифоп-Р-бутил, диклофоп-метил, галоксифоп-метил, хизалофоп; в) другие, например, феноксапроп-этил;

8) ингибиторы биосинтеза клеточных стенок, например, дихлобенил, изоксабен;

9) быстрые разрушители клеточных мембран, включающие: а) бипиридилиумы, например, паракват, дикват; б) простые дифениловые эфиры, например, ацифлуорфен, фомесафен, лактофен, оксифлуорфен; в) ингибиторы глутаминсинтеза, например, глюфофинат; г) другие, например, оксадиазон;

10) смешанные ингибиторы, включающие: а) карбаматы, например, азулам; б) нитрилы, например, бромксинил, иоксинил; в) гидантоцидин и

производные; г) различные, например, паклобутиразол, этофумезат, хихинклорак /BAS 514/, дифензокват, эдоталл, фозамин, DSMA, MS MA;

11) другие.

Соединения описанные в европейских патентах А-315889, А-461079 и А-549524; и РСТ заявке ВОИС 91/10653, содержание которых здесь включено в виде ссылки, включая, например:

3-[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-гидроксиметил]-N-метил-2-пиридин-карбоксамид;

4,7-дихлор-3-(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-3-гексаноил-оксифталид;

3-[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-карбонил]-N,N-диметил-2-пиридин-карбоксамид;

3,6-дихлор-2-[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-карбонил]-бензойную кислоту;

6-хлор-2-[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-тио]-бензойную кислоту (DPX-PE 350 или пиритиобак) и ее соли.

В некоторых случаях один ингибитор транспортировки ауксина может усилить подобный эффект. Природа эффекта ингибитора транспортировки ауксина такая, что он способен усиливать активность различных классов гербицидов. Следовательно, настоящее изобретение также относится к способу борьбы или контролированию роста нежелательных растений, или, иначе, регулирования роста растений, который включает совместное применение на месте, где это необходимо с помощью гербицидов, эффективного совокупного количества по меньшей мере одного ингибитора транспортировки ауксина и по меньшей мере одного другого гербицида, причем ингибитор транспортировки ауксина применяется в потенциализирующем количестве.

Используемые для совместного применения нормы могут изменяться в зависимости от климатических условий, сезоны, экологии почвы, сорняков, с которыми нужно бороться, и тому подобно, причем успешные результаты могут быть получены, например, с нормами ингибитора транспортировки ауксина 0,00011 – 1,1 кг/га [0,0001 lb – -1-0 lb /A], предпочтительно 0,0011 – 0,55 кг/га [0,001 – 0,5 lb/A], особенно 0,011–0,11 кг/га [0,01 – 0,1 lb/a] при совместном применении с нормами гербицидных компонентов, которые соответствуют величине или значительно ниже, чем рекомендуемые для их индивидуального использования [применяемые нормы в дальнейшем рассчитываются из измерений первоначально сделанных в lb–A, используя конверсионный фактор 1 lb/A = 1,1 кг/га].

Пригодность специфических совместных применений для пред- и послевсходового использования и селективность зависят от выбранных компонентов.

Активность соединений формулы (A) описана в вышеприведенных патентах и активность других известных ингибиторов транспортировки ауксина и подобных гербицидных компонентов или их продажных форм описана в литературе [см. также CR OP PR OTECTION CHEMICALS REFERENCE, Chemical and Pharmaceutical Press, N4, N4].

Изобретение также относится к гербицидным или регулирующим рост растений композициям, содержащим по меньшей мере один ингибитор транспортировки ауксина и по меньшей мере

один другой гербицид, причем ингибитор транспортировки ауксина находится в потенциализирующем количестве. Особенно предпочтительно композиции содержат соединения формулы А.

Такие композиции содержат активные вещества в ассоциации с сельскохозяйственно приемлемыми разбавителями. Они могут быть использованы в одной из двух, твердой или жидкой, формах, например, в форме смачивающегося порошка или эмульгируемого концентрата, включающих обычные разбавители.

Такие композиции могут быть получены обычным образом, например, путем смешения активного ингредиента с разбавителем и необязательно с другими ингредиентами формулировки, такими, как поверхностно-активные вещества и масла.

Под термином "разбавители", который используется здесь, подразумевают любой, жидкий или твердый, сельскохозяйственно приемлемый материал, который может быть добавлен к активной составляющей, с получением более легкой или лучше наносимой формы, или для достижения используемого или желательного усиления активности. Примерами разбавителей являются тальк, каолин, диатомовая земля, ксилит, нефитотоксические масла или вода.

Особые формулировки, применяемые в виде пульверизируемых форм, такие, как диспергируемые в воде концентраты, диспергируемые в воде гранулы или смачивающиеся порошки, могут содержать поверхностно-активные вещества, такие, как смачиватели и диспергаторы, например, как продукт конденсации формальдегида с нафталинсульфонатом, алкиларилсульфонат, лигнинсульфонат, жирный алкилсульфат, этоксилированный алкилфенол или этоксилированный жирный спирт.

Обычно формулировки включают 0,01–90 вес.% активного агента (агентов) и 0–20 вес.% сельскохозяйственного приемлемого поверхностно-активного вещества, причем активный агент состоит по меньшей мере из одного ингибитора транспортировки ауксина и по меньшей мере одного другого ингибитора. Концентрированные формы композиций обычно содержат около 2–90%, предпочтительно около 5–80% вес., активного агента. Используемые формы формулировок могут содержать, например, 0,01 – 20 вес.% активного агента.

Когда осуществляют одновременное, непосредственно последовательное или в виде Tank-смеси применения, то не являющаяся ингибитором транспортировки ауксина компонента (компоненты) может быть использована в соответствующей для продажи форме и в нормах, эквивалентных или предпочтительно ниже таковых, рекомендуемых изготовителем. Ингибитор транспортировки ауксина может быть сформулирован как описано в вышеуказанных патентах США 5 098 462 или 5 098 466 и европейском патенте А–219451.

Согласно настоящему изобретению также можно совместно применять другие соединения, обладающие биологической активностью, например, соединения с инсектицидной или фунгицидной активностью.

Предпочтительные способы применения включают Tank-смесь, получаемую, например, пу-

тем добавления ингибитора транспортировки ауксина в резервуар, содержащий другую гербицидную компоненту и соответствующее поверхностно-активное вещество, причем в результате получают премиксы.

В зависимости от выбора совместно применяемых компонентов может быть достигнута как пред-, так и также послевсходовая активность по отношению к широкому ряду широколистных и травянистых сорняков. Не ограничивающие объема охраны изобретения примеры таких сорняков следующие:

Setaria sp.	– щетинник
Brachiaria platyphylla	– широколистная трава
Ipomea sp.	– ипомея
Abutilon theophrasti	– канатник теофраста
Hibiscus trionum	– гибискус троичный
Solanum sp.	– паслены, например, паслен лохолистный

Avena fatua	– овсюг
Sinapis alba	– горчица белая
Amaranthus sp.	– щирица колючая
Xanthium strumarium	– дурнишник
Sorghum halepense	– джонсонова трава
Echinochloa crus-galli	– просо петушье
Polygonum sp.	– горец перечный, горец вьющийся, горец стелющийся

Cassia obtusifolia	– резуха канадская
Digitaria sp.	– росичка
Bromus tectorum	– костер кровельный
Apera spica-venti	– метелица полевая
Chenopodium album	– марь белая
Sorghum bicolor	– сорго двуцветное
Portulaca oleracea	– портулак огородный
Sida spinosa	– грудинка колючая

Campsis radicans – trumpet	– ползучий
Rottboellia exaltata	– itchgrass
Cynodon dactylon	– бермудская трава
Agropyron repens	– пырей ползучий
Cyperus sp.	– сыть (циперус)
Panicum sp.	– просо
Lespedeza sp.	– лепедица
Trifolium sp.	– клевер
Hippuris vulgaris	– хвостник обыкновенный
Asclepias sp.	– ваточник
Salvia sp.	– шалфей ланцетолистный
Salsola iberica	– поташник
Convolvulus arvensis	– вьюнок полевой
Cirsium arvense	– бодяк полевой
Proboscidea louisianica	– лютик полевой
Senecio sp.	– крестовник
Chorispora tennella	– горчица черная
Alopecurus myosuroides	– лисохвост полевой
Sisymbrium altissimum	– гулявник высочайший
Caperionia palustris	– texasweed.

Селективность в отношении зерновых культур также обычно зависит от выбора компонентов.

Соединения формулы (А), например, обладают отличной селективностью в отношении кукурузы и хлебных злаков.

Также можно использовать смеси ингибитора транспортировки ауксина с более, чем один, другими гербицидами, например, трехкомпонентные смеси.

Предпочтительными ингибиторами транспортировки ауксина являются таковые формулы (A), особенно такие, где M обозначает водород или катион натрия, калия, изопропиламмония или 2-/2-гидрокси-этокси-/этиламмония (соединения A1).

Другая группа соединений включает соединение формулы (A), где Z обозначает водород (соединения A2); Z обозначает фтор (соединения A3); Z обозначает хлор (соединения A4).

Особенно предпочтительными индивидуальными ингибиторами транспортировки ауксина являются 4-(3,5-дифторфенил)-семикарбазон-2-ацетилникотиновой кислоты в виде свободной кислоты или в виде соли, особенно в виде его натриевой соли; 4-(3-фторфенил)-семикарбазон-2-ацетилникотиновой кислоты в виде свободной кислоты или в виде соли, особенно в виде натриевой соли.

Предпочтительными классами гербицидных компонентов смеси являются рострегулирующие гербициды, такие, как бензойные кислоты, феноксиуксусные кислоты, пиколиновые кислоты и родственные соединения; ингибиторы роста, такие, как корневые и ростковые ингибиторы семян; быстрые разрушители клеточных мембран, такие, как бипиридилиумы [bipyridiliums]; ингибиторы аминокислотного синтеза, такие, как сульфонилмочевина и сульфонамиды.

Примерами особых, предпочтительных гербицидных компонентов для совместного применения являются дикамба, тидиазурон, 2,4-D, диметанамид, атразин, цианазин, норфлуразон, флуороксибир, примисульфурон, никосульфурон, пендиметалин, хлорпиррид, паракват, этофумезат, флуметсулам (DE 498) и в некоторых ситуациях глифозат.

Не ограничивающими объема охраны изобретения примерами особых комбинаций являются таковые, содержащие, например, 4-(3,5-дифторфенил)-семикарбазон 2-ацетилникотиновой кислоты в виде 2-(2-гидроксиэтокси)-этиламмониевой соли (a); или натриевую соль 4-(3-фторфенил)-семикарбазона 2-ацетилникотиновой кислоты (b); или натриевую соль 4-(3-хлорфенил)-семикарбазона 2-ацетилникотиновой кислоты (c); 4-(3,5-дифторфенил)-семикарбазон 2-ацетилникотиновой кислоты (d); натриевую соль 4-(3,5-дифторфенил)-семикарбазона 2-ацетилникотиновой кислоты (e); причем каждый из вышеуказанных компонентов, например, вместе с дикамба (Z); диметанамидом (y); 2,4-D (x); или тидиазуоном (W).

Как указано выше, используемые нормы могут зависеть от множества факторов. Обычно удовлетворительные результаты получают, когда совместно применяемые компоненты используют в нижеуказанных количествах:

Соединения (a), (b) или (d): 0,0011–1,1 кг/га, предпочтительно 0,011–0,55 кг/га, особенно 0,011–0,11 кг/га.

Соединение (Z): 0,011–2,2 кг/га, предпочтительно 0,05–0,55 кг/га, особенно 0,11–0,55 кг/га.

Соединение (y): 0,11–4,4 кг/га, предпочтительно 0,275–1,0 кг/га, особенно 0,55–1,0 кг/га.

Соединение (x): 0,011–2,2 кг/га, предпочтительно 0,11–1,1 кг/га, особенно 0,275–0,825 кг/га.

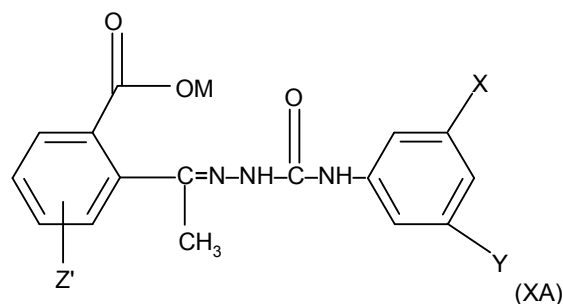
Соединение (W): 0,011–1,1 кг/га, предпочтительно 0,055–0,55 кг/га, особенно 0,088–0,44 кг/га.

Весовое соотношение индивидуальных компонентов в полученных премиксах (предварительных смесях) различно в соответствии с предназначенной для применения нормой; так, например, соотношение соединения (a) к соединению (Z) в премиксе может изменяться, например, от 1:2000 до 100:1, предпочтительно 1:50 до 5:1, особенно от 1:50 до 1:1, например 1:50 – 1:2,5.

Примером трехкомпонентной смеси является смесь соединения (e) с соединением (Z) и никотинсульфуоном или диметанамидом.

Кроме того, также, например, в смесь соединения (d) или его соли с соединением (Z) может быть добавлен активный в отношении травы гербицид, такой, как гербицид из вышеперечисленных классов 5 и 7.

Соединения формулы (A), где Z обозначает хлор или фтор, являются новыми и также составляют часть изобретения. Изобретение, далее, относится к соединениям формулы XA:



где X, Y и M имеют указанное в формуле (A) значение, а Z обозначает хлор или фтор.

Изобретение также относится к использованию соединений формулы (XA), индивидуально или в комбинации с другими активными соединениями для борьбы с сорняками, гербицидной композициям, содержащим соединения формулы (XA) также индивидуально или в комбинации с другими активными соединениями и к способам получения соединений формулы (XA).

Особенными соединениями формулы (XA) являются, например, таковые, где X обозначает фтор или хлор, Y обозначает водород или фтор и Z обозначает 6-фтор или 6-хлор (в ортоположении к карбоксильной группе), в виде соли или в свободной кислотной форме.

Соединения формулы (XA), где Z' обозначает 6-фтор, или 6-хлор, особенно предпочтительны.

Использование соединений формулы (XA) и их формулировок в качестве гербицидных композиций может быть осуществлено, как описано здесь или как описано в патентах США 5 098 462; 5 098 466 и в европейском патенте A-219451, причем содержание каждого из указанных патентов в этом отношении включено здесь в виде ссылки.

Следующие примеры предназначены для иллюстрации изобретения, не ограничивая его объема охраны.

Пример 1.

Полевое испытание.

Полевое испытание осуществляют против канатника теофраста и мари белой на поле с кукурузой. Применение послевсходовое, спустя 35

дней после посева, при высоте сорняка 41–89 см. Нанесение осуществляют путем разбрасывания на листья формулировки в виде Tank-смеси. Вышеуказанное соединение (а) используется в Tank-смеси как таковое. Вышеуказанное соединение (Z) используется в Tank-смеси форме 0,5 кг/л. с., продающегося под названием BANVEL. Продажное поверхностно-активное вещество используют

с водой (Universal Coop Incorporated, Minneapolis, МП). Далее установленные величины рассчитывают из первоначально сделанных измерений в акрах, lb, дюймах и галлонах в соответствии с факторами перевода: 1 гектар = 2,47 акра; 1 кг = 2,2 lb; 1 м = 3,28 фута; и 1 галлон = 3,78 л.

Результаты могут быть суммированы следующим образом:

Обработка	Норма, кг/га	% контроля канатник теофраста	Марь белая
Аквагенная ¹ (водой)	0	0	0
Соединение (Z)	0,275	18	30
Соединение (а)	0,011	13	18
Соединение (Z)+вода ¹	0,275	27	40
Соединение (а) +вода ¹	0,011	13	18
Соединение (а)+	0,011	57	90
Соединение (Z)	0,275	—	—
Соединение (а)+	0,011	65	93
Соединение (Z)	0,275		
Аквагенная ¹ (вода ¹) = (10,9 л/га)			

Используемая в виде Tank-смеси комбинация (а) + (Z) значительно лучше действует, чем обработка индивидуальными соединениями. Вспомогательное средство обеспечивает некоторое увеличение контроля, но не ответственно за неожиданное увеличение контроля, наблюдаемое для гербицидной комбинации. Комбинация (а) + (Z) оказывает заметно более высокое действие по сравнению с аддитивным эффектом любых гербицидов, которые при применении индивидуально при фиксированной норме неудовлетворительно контролируют сорняки. Наблюдается незначительное воздействие на кукурузу.

Пример 2.

Испытание в теплице.

Проводят испытание в теплице против канатника теофраста, мари белой, ипомеи и дурнушника. Обработку осуществляют по послевсходовому способу на 10-тый день после посева и оценку проводят на 18-тый день после обработки. Соединение (а) сформулировано, как промышленное активное вещество, в смеси равных частей ацетона и воды с 1,2% поверхностно-активного вещества. Соединение (Z) используется в продажной форме BANVEL-гербицида (= 480 г/л эквивалента активного вещества) в воде с 1,2% поверхностно-активного вещества. Tank-смеси наносят с помощью распылительной камеры при 3-х повторениях на концентрацию (табл. 2).

Обработка	Норма, кг/га	% контроля			
		канатник теофраста	марь белая	ипомея	дурнушник
Соединение (е)	0,01	55	50	55	25
Соединение (Z)*	0,02	35	35	35	75
Соединение (е)+	0,01	98	100	98	100
Соединение (Z)	0,02				

* в виде продажного BANVEL – гербицида

Результаты показывают синергизм, используя формулу Limpel, и статистически существенны, используя тест многократных рядов Дункана.

Пример 3.

Получение 4-(3,5-дифторфенил)-семикарбазона 2-ацетил-6-фторбензойной кислоты.

а). Получение 3-фторфталевого ангидрида.

15 г 3-фторфталевой кислоты смешивают с 16,6 г уксусного ангидрида и кипятят с обратным холодильником в течение 3-х часов. После удаления непрореагировавшего уксусного ангидрида оставшееся твердое вещество белого цвета перекристаллизуют из толуола.

б). Получение 2-ацетил-6-фторбензойной кислоты

9 г 3-фторфталевого ангидрида и 6,8 г малоновой кислоты смешивают в 80 мл триэтила-

мина и нагревают на масляной бане при 71–72°C вплоть до прекращения выделения газа. Реакционную смесь смешивают с 50 мл смеси 10% HCl/H₂O и экстрагируют эфиром. Эфир выпаривают и остающееся темное масло хроматографируют на колонке, используя 1 л смеси 20% этилацетата/гексан, затем 1 л 30% этилацетата/гексан, с получением сначала 3-фторизомера, затем целевого 6-фтор-изомера. Т. пл. 76–81,5°C.

в). Получение целевого соединения

3 г 6-фтор-2-ацетилбензойной кислоты и 3 г 4-(3,5-дифторфенил)-семикарбазида смешивают в 20 мл метанола и нагревают до получения прозрачного раствора. Этот раствор затем перемешивают в течение 24-х часов при комнатной температуре. Образуется твердое

вещество белого цвета, которое отфильтровывают и высушивают в вакууме при 60°C с полу-

чением целевого продукта с т.пл. 227°C (разложение).

Тираж 50 экз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»
Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101
(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03
