



(19) KG (11) 145 (13) C2

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)

(51)⁶ C07D 401/12, A01N 43/45

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Кыргызской Республики

(21) 5001676/SU

(22) 28.09.1991

(31) 19863/86

(32) 31.01.1986

(33) JP

(46) 01.10.1996, Бюл. №2, 1997

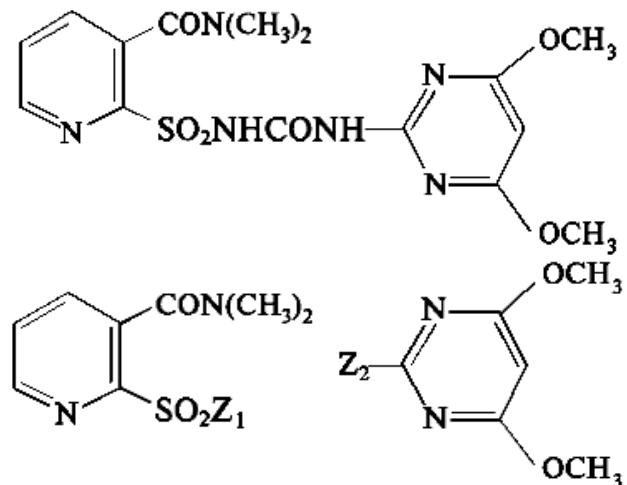
(71)(73) Исихара Сангио Кайся ЛТД, JP

(72) Фумио Кимура, Нобуюки Сакасита, Сигео Мурай, Такахиро Хага, Тимото Хонда, JP

(56) Патент США №4518776, кл. C07D 251/46, 1985 Патент США №4521597, кл. C07D 251/18, 1985 ЕР №0103543, А, кл. C07D 401/12, 1984

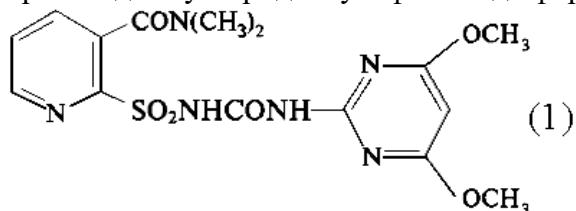
(54) Продуктое пиридинсульфонамида, обладающее гербицидной активностью

(57) Использование: в сельском хозяйстве в качестве гербицида. Сущность изобретения: продукт-п-[4,6-диметоксипиримидин-2-ил (аминокарбонил)] 1-3-диметиламинокарбонил-2-пиридинсуль-фонамид ф-лы 1. БФ C₁₃H₁₈N₆O₆S; т.пл. 169-173°C. Реагент 1: соединение ф-лы 2. Реагент 2: соединение ф-лы 3, где Z₁ - NH₂ - группа, -NCO, NHCOC₁ или NHCOOR₅, Z₂ - NH₂, NCO, NHCOC₁, NHCOOR₅ R-алкил или арил. Условия реакции: в среде органического растворителя при комнатной температуре. 5 табл. Структура соединений ф-лы 1, 2, 3:



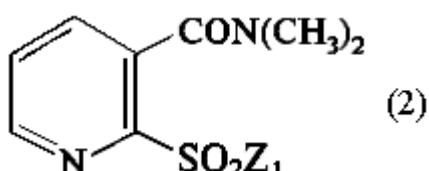
Изобретение относится к новому соединению, производному пиридинсульфонамида, обладающему гербицидной активностью, способу его получения и использованию в подавлении роста нежелательных растений.

Целью изобретения является создание нового соединения, обладающего широким гербицидным спектром действия и щадящим действием на кукурузу. Конкретно изобретение относится к производному пиридинсульфонамида формулы

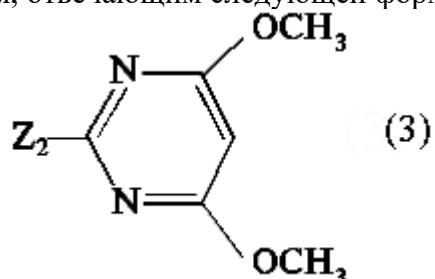


Замещенное пиридинсульфонамидное соединение, отвечающее общей формуле (1) может быть получено следующим способом.

Проводят реакцию между пиридиновым соединением, отвечающим общей формуле

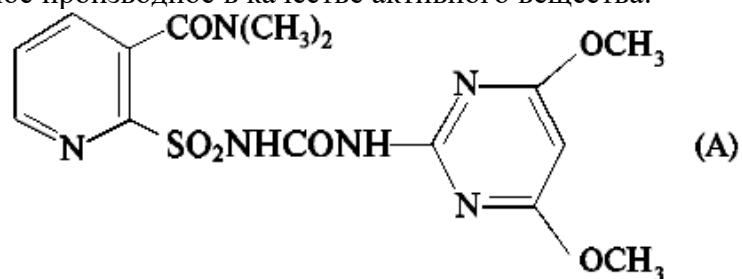


в которой Z_1 представляет собой NH_2 -группу, $-\text{NCO}$ -группу, $-\text{HCOCl}$ -группу или HCCOR_5 -группу (в которой R_5 представляет собой алкильную или арильную группу), и пиридиноновым соединением, отвечающим следующей формуле



в которой Z_2 представляет собой NH_2 -группу, $-\text{NCO}$ -группу, $-\text{HCOCl}$ -группу или HCOOR_5 -группу (в которых R_5 имеет те же значения, что указаны выше), при условии, что, когда Z_1 представляет собой NH_2 -группу, Z_2 представляет собой $-\text{NCO}$, $-\text{HCOCl}$ или $-\text{HCOOR}_5$ -группу, а если Z_2 представляет собой NH_2 -группу, то Z_1 представляет собой $-\text{NCO}$, $-\text{HCOCl}$ или $-\text{HCOOR}_5$ -группу. Если желательно, то проводят обработку с целью получения соли.

Цель изобретения достигается тем, что гербицидная композиция включает пиридинсульфонамидное производное в качестве активного вещества:



Данное соединение может быть использовано как само по себе, так и в композиции, в которой могут быть использованы: в качестве носителя - каолин, мелкодисперсный диоксид кремния или их смесь, в качестве поверхностно-активного вещества - смесь соединений, выбранных из группы, включающей фенилсульфонат натрия, поликарбоксилат натрия, алкиларилсульфонат натрия, полиоксиэтиленалкиларилэфирсульфат и продукт конденсации нафталинсульфоната натрия с

формальдегидом, при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Активные вещества	10-80
Носитель	7-83.7
Поверхностно-активное вещество	6.3-13.

Указанную композицию получают смешением указанных компонентов с последующим измельчением для формирования смачивающегося порошка. Для биологических испытаний были получены следующие составы.

Пример 1. Состав, мас. %:

Соединение А	10
Каолин	70.2
Продукт реакции конденсации	1.8
нафталинсульфоната натрия с	
формальдегидом	
Полиоксиэтиленалкиларил-	4.5
эфирсульфонат	
Микродисперсный диоксид кремния	13.5

Пример 2. Состав, мас. %:

Фенилсульфонат натрия	6
Поликарбоксилат натрия	5
Алкиларилсульфонат натрия	2
Микропорошкообразный кремнезем	7
Соединение А	80

Пример 3. Состав, мас. %:

Фенилсульфонат натрия	4
Поликарбоксилат натрия	3
Алкиларилсульфонат	1
Каолин	42
Соединение А	50

Получение соединения А представлено в примере 4.

Пример 4. К суспензии, полученной добавлением 0.229 г 2-аминосульфонил-N,N-диметилникотинамида и 0.275 г 2-феноксикарбониламино-4,6-диметоксипиримидина в 5 мл безводного ацетонитрила добавляют 0.152 г 1,8-диазабицикло(5.4.0)-ундекена и полученную смесь оставляют 1 ч при комнатной температуре. По окончании реакции смесь добавляют в воду для фильтрации нерастворимого вещества. Профильтрованный раствор преобразуют с помощью концентрированной хлористоводородной кислоты в слабый кислый раствор и экстрагируют метиленхлоридом. Затем раствор высушивают безводным сульфатом натрия, отгоняют растворитель, и получают 0.330 г целевого соединения-N-[(4,6-диметоксипиримидин-2-ил (аминокарбонил)]-3-диметиламинокарбонил-2-пиридинсуль-фонамида с т. пл. 169-173°C.

Составы, указанные в примерах 1-3, были подвергнуты биологическим испытаниям. Результаты испытаний представлены в примерах 5-7 и табл. 1-3.

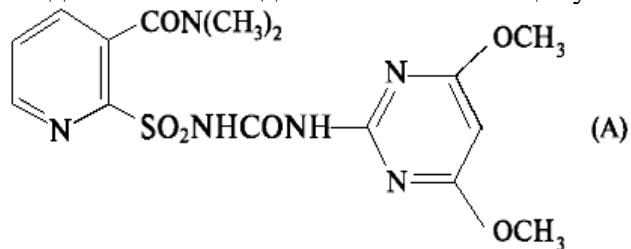
Пример 5. Для испытания был использован состав по примеру 1.

Каждый горшок заполняют почвой и засевают определенным количеством семян различных испытуемых растений. Когда испытываемые растения достигли определенной стадии (т.е. стадия 2.2 листа для кукурузы, 2.0 листа для дурнишника, 0.5 листа для ипомеи, 0.5 листа для горца перечного, 0.1 листа для грудинки колючей), растения опрыскивают водным раствором, приготовленным из композиции примера 1.

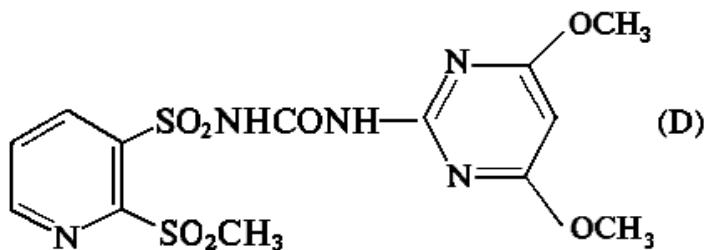
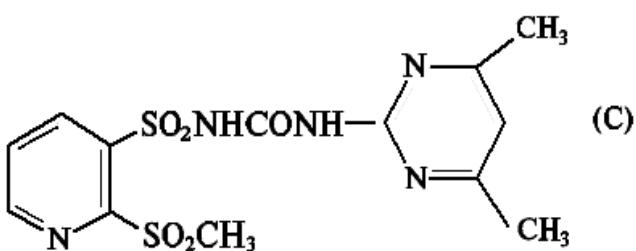
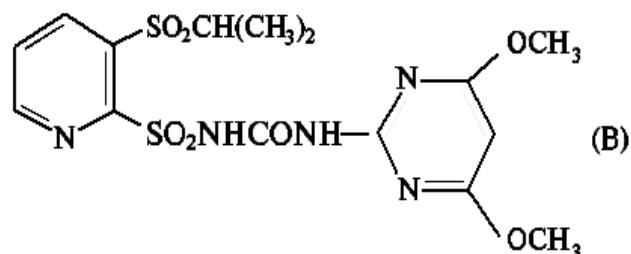
Листья растений опрыскивают с помощью маленького распылителя. Через 30 дней визуально определяют степень развития растений. Подавление сорняков оценивают по 10-балльной шкале, по которой 10 означает, что растение совсем погибло, а 1 показывает то

же, что и необработанное растение, как показано в табл. 1.

Испытываемое соединение А. Соединение по настоящему изобретению:



Известные испытываемые соединения В, С и D



Результаты испытаний приведены в табл. 1.

Пример 6. Испытание состава примера 3.

Кукурузу (сортов Golden cross vantum (1), Royal Dent 105 (2)), росичку кровяную, щетинник зеленый, овсюг, паслен черный и горец перечный высевали в горшки площадью по 1/10000 ар (а) каждый и выращивали в оранжерее.

После того, как подопытные растения достигли соответственно заданных ростовых стадий, т. е. стадии 4-го листа для Golden cross vantum, стадии 4.3 листа для Royal Dent 105T, 3.3 листа для росички кровяной, 3.3 листа для щетинника зеленого, 2.3 листа для овсюга, стадии 2-го листа для паслена черного и стадии 3-го листа для горца перечного, их опрыскивали водным раствором, приготовленным из состава примера 2. Спустя 27 дней после опрыскивания визуальным путем определяли степень роста обработанных растений. Степень эффективности борьбы с сорняками оценивали по 10-балльной шкале, где величиной 10 обозначали полностью уничтоженное растение, а величиной 1 обозначали растения, которые выглядели аналогично контрольным, необработанным, как это указано в табл. 3.

Пример 7. Испытание состава примера 2.

Кукурузу (сортов Golden cross vantum и Royal Dent 105T) и росичку кровяную высевали в горшке площадью по 1/10000 ар (а) каждый и выращивали в оранжерее.

После того, когда подопытные растения достигли соответственно заданных

ростовых стадий (т.е. стадии 3,5 листа для *Golden cross vatum*, стадии 4-го листа для *Royal Dent 105T* стадии 2,5 листа для росички кровяной), их опрыскивали водным раствором, приготовленным из состава примера 2.

Спустя 27 дней после опрыскивания визуальным путем определяли степень роста обработанных растений. Эффективность борьбы с сорняками оценивали по 10-балльной шкале, где величиной 10 обозначали полностью уничтоженное растение, а величина 1 служила для обозначения растений, которые выглядели аналогично контрольным, необработанным, как это указано в табл. 2.

Как видно из результатов испытаний, представленных в табл. 1-3, композиции с соединением А полностью подавляют рост куриного проса, которое является сорняком, и абсолютно не оказывают никакого воздействия на кукурузу. Кроме того, в достаточной степени подавляется рост широколистенных сорняков, таких как дурнишник, ипомея, грудинка колючая, горец перечный и амарант. С другой стороны, известные композиции ухудшают рост кукурузы. Следовательно, известные композиции нецелесообразно использовать для обработки кукурузных полей.

В примерах 8 и 9 и табл. 4 и 5 представлены сравнительные данные по гербицидной активности нового соединения А и известных структурных аналогов, выраженные в %.

Сравнительное испытание 1

Каждый горшок заполняли горной почвой и определенным количеством зерен кукурузы (разновидности: *Royal Dent*, *Zea Mays*). Типичные травянистые сорняки, т.е. травы Джонсона (*Sorghum halepense*), зеленый лисохвост (*Setaria viridis*) и дикий овес (*Avene fatua*), высевали отдельно.

Водную дисперсию получали растворением определенного количества каждого испытываемого соединения в 500 л/га воды, и к ней добавляли 0,2 % сельскохозяйственного распылителя.

Когда испытываемые растения соответственно достигали определенных стадий роста (т.е. 3,3-листовой стадии для кукурузы, 4,0-листовой стадии для травы Джонсона, 2,6-листовой стадии для зеленого лисохвоста и 1,6-листовой стадии для дикого овса) водную дисперсию наносили на листья растений.

Через двадцать один день после нанесения чистую массу растений измеряли от уровня грунта.

Степень повреждения кукурузы (%) и степень подавления сорняков в (%) определяли с помощью следующих уравнений:

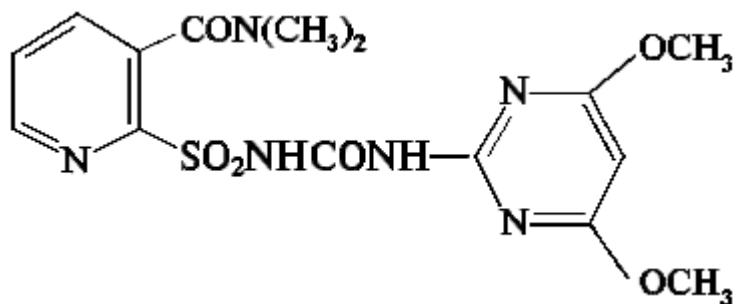
$$\text{Нòäïäíü ўäðåæäáíè ў êóéóðóçü} = \left(100 - \frac{\text{÷èñòàÿ ìàññà íáðàáíòàíí íé êóéóðóçü}}{\text{÷èñòàÿ ìàññà íåñáðàáíòà ííé êóéóðóçü}} \right) \times 100$$

$$\text{Нòäïäíü ўäðåæäáíè ý ñîðíÿéâ} = \left(100 - \frac{\text{÷èñòàÿ ìàññà íáðàáíòàíí ûð ñîðíÿéâ}}{\text{÷èñòàÿ ìàññà íåñáðàáíòà ûð ñîðíÿéâ}} \right) \times 100$$

Сравнительное испытание 2.

Каждый горшок заполняли горной почвой и высевали определенные количества семян различных испытываемых растений. Когда испытываемые растения соответственно достигали определенных стадий роста (т.е. 3,8-листовой стадии для кукурузы (*Zea mays*), 3,0-листовой стадии для зеленого лисохвоста (*Setaria viridis*) и 2,8-листовой стадии для куриного проса (*Techinocloa crusgall*), водную дисперсию готовили растворением смачиваемого порошка, содержащего определенное количество каждого из испытываемых соединений, в 500 л/га воды, и 0,2 % сельскохозяйственного распылителя добавляли к водному раствору. Полученный раствор наносили на листья растений разбрзгивателем малого размера. Через двадцать дней после нанесения визуально наблюдали степень подавления роста растения в %.

Испытываемые соединения: Соединение А: предлагаемое соединение



Соединения B-J: известные соединения.

Результаты испытаний.

Результаты испытаний растений 1 показаны в табл. 4, приведенной ниже.

Заявленное соединение (соединение A) показывает наилучший гербицидный эффект, когда наносится на кукурузное поле, что важно для урожая, где нежелательные растения почти полностью подавляются, в то время, как кукуруза может расти без ущерба.

С другой стороны, соединения из уровня техники (соединения B, C и D) проявляют значительно меньшую активность против нежелательных растений, в то время, как полностью подавляют рост кукурузы.

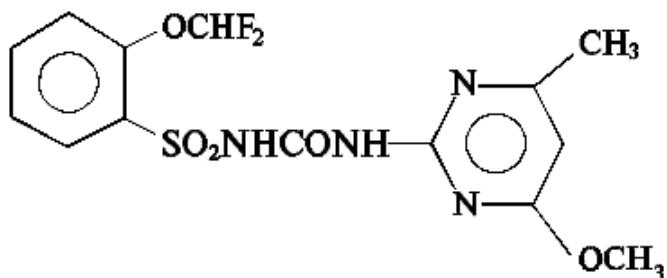
Результаты испытания растений 2 показаны в табл. 5, приведенной ниже.

Предлагаемое соединение A показывает наилучший гербицидный эффект, когда наносится на кукурузное поле, что важно для урожая, где нежелательные растения почти полностью подавляются, в то время, как кукуруза может расти без ущерба.

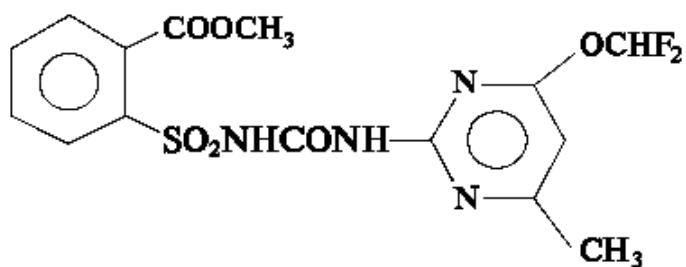
С другой стороны, соединения из уровня техники (соединения E, F, G, H, I и J) не проявляют такой значительной селективности.

Структурные формулы соединений-аналогов, испытываемых на гербицидную активность:

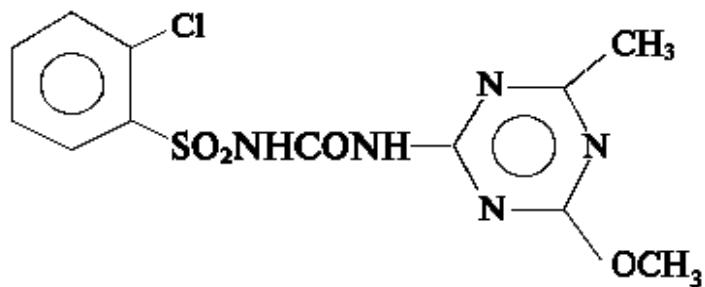
(B)



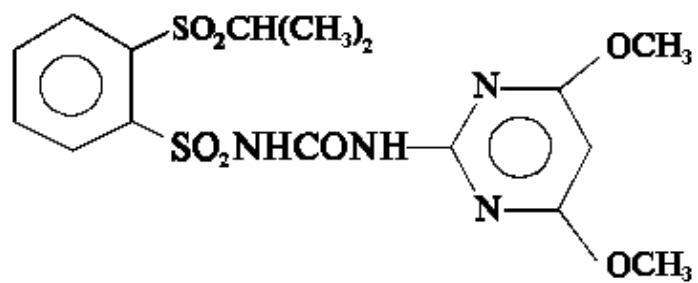
(C)



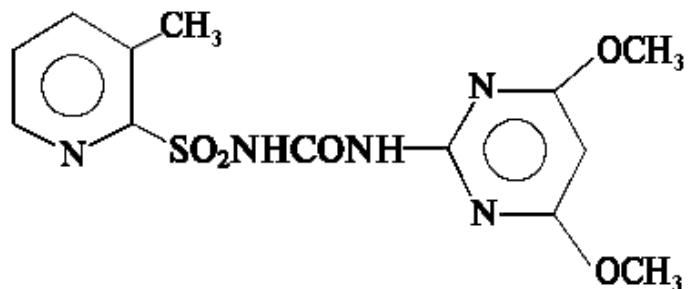
(D)



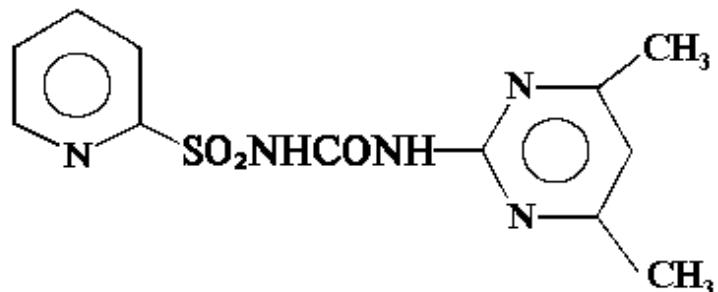
(E)



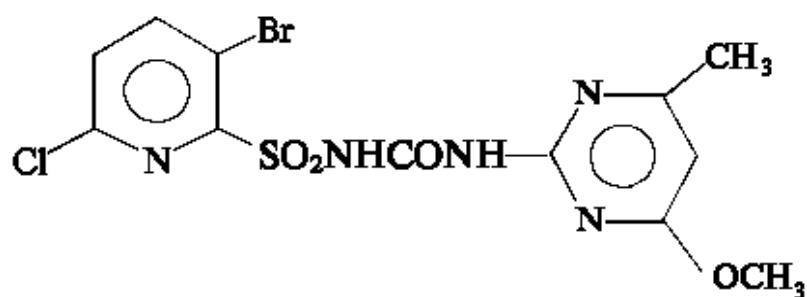
(F)



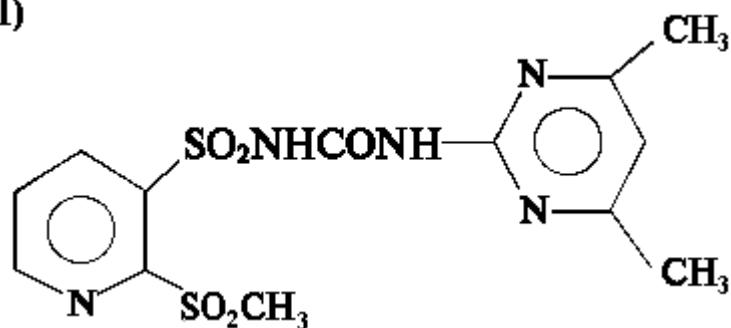
(G)



(H)



(I)



(J)

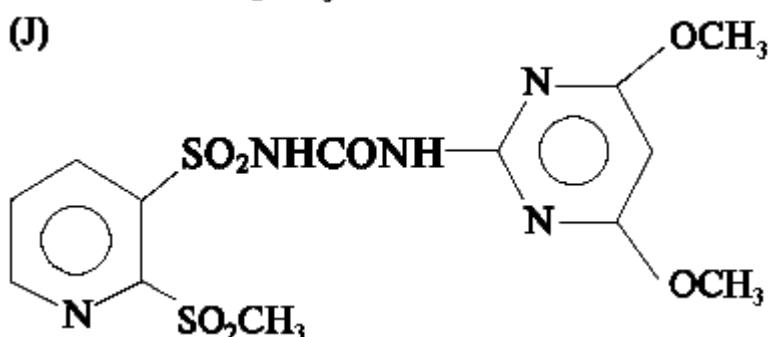


Таблица 1

Испытуемое соединение в композиции	Доза активного ингредиента, г/га	Подавление сорняков						
		Кукуруза	Дурнушник	Ипомея	Грудника колючая	Горец перечный	Ширица	Куриное просо
A	500	2	10	9	8	10	10	10
	125	1	10	8	7	10	10	10
B	500	4	10	8	6	7	10	6
	125	4	10	8	6	7	10	6
C	500	6	10	7	6	10	10	9
	125	5	10	7	5	10	9	6
D	500	10	10	7	10	10	10	10
	125	10	10	6	10	10	10	10

Таблица 2

Испытуемое соединение в композиции	Доза, активного ингредиента, г/га	Эффективность борьбы с сорняками		
		кукуруза (1)	кукуруза (2)	росичка кровяная
	500	2	1	10
A	250	1	1	10
	125	1	1	8
	62.5	1	1	6
	500	8	9	8
C	250	5	5	6
	125	3	4	4
	62.5	3	2	3
D	15.63	10	10	10
	7.81	10	10	8

Таблица 3

Испытуемое соединение в композиции	Доза активного ингредиента, г/га	Эффективность борьбы с сорняками						
		Кукуруза	Кукуруза	росичка кровяная	щетинник зеленый	овсюг	паслен черный	горец перечный
	500	2	2	10	10	10	10	10
A	250	1	1	9	10	10	10	10
	125	1	1	8	10	10	9	10
	62.5	1	1	6	10	10	8	9
	31.25	1	1	5	10	10	6	8
	500	2	3	2	7	2	5	10
	250	2	3	1	6	2	4	10
B	125	1	2	1	5	2	3	8
	62.5	1	1	1	4	1	2	6
	31.25	1	1	1	2	1	2	5
	500	7	9	7	10	10	10	10
	250	6	6	6	10	8	7	8
C	125	4	4	6	8	8	6	6
	62.5	3	2	5	8	8	5	5
	31.25	2	1	4	8	7	4	4
	500	10	10	10	10	10	10	10
	250	10	10	10	10	10	10	10
	125	10	10	10	10	10	10	9
	62.5	10	10	10	10	10	10	9
D	31.25	10	10	10	10	9	9	8

Таблица 4

Испытываемое соединение	Количество г ингр/га соединения	Повреждения кукурузы, %	Подавление сорняков, %		
			Трава Джонсона	Зеленый лисохвост	Дикий овес
A	200	1	99	96	>99
	100	4	98	95	98
	50	0	96	95	97
B	200	100	65	86	87
	100	100	46	46	71
	50	100	22	41	1
C	200	100	61	76	88
	100	100	75	82	85
	50	93	55	62	83
D	200	100	54	93	50
	100	100	49	87	40
	50	100	44	85	26

Таблица 5

Испытываемое соединение	Количество в г.а. в/га соединения (G ^{A1} /HA)	Степень подавления роста, %					
		Кукуруза		Ам.трава (куриное просо)		Зел. лисохвост	
		Парт. 1	Парт. 2	Парт. 1	Парт. 2	Парт. 1	Парт. 2
A	500	5	5	100	100	100	100
	200	0	0	100	100	100	100
	100	0	0	100	100	100	100
	40	0	0	100	100	100	100
	20	0	0	100	100	100	100
	10	0	0	90	90	100	95
	500	70	70	90	95	65	70
E	200	60	60	70	70	50	50
	100	30	30	50	50	30	30
	40	10	10	15	15	15	20
	20	0	0	0	10	5	5
	10	0	0	0	0	0	0
H	500	100	100	100	100	100	100
	100	100	100	0	0	60	60
	40	100	100	0	0	30	40
	20	90	80	0	0	10	10
	10	70	70	0	0	0	0
	500	100	80	50	40	90	95
	200	80	90	30	40	70	70
I	100	80	80	30	30	70	60
	40	60	70	30	30	50	50
	20	40	40	10	10	40	40
	10	5	5	10	10	10	10
	500	100	100	100	100	100	100
J	200	100	100	100	100	100	100
	100	100	100	100	100	100	100
	40	100	100	100	100	100	100
	20	100	100	100	100	100	100
	10	100	100	100	100	100	100

Продолжение таблицы 5

Испытываемое соединение	Количество в г.а. в/га соединения	Степень подавления роста, %					
		Кукуруза		Ам.трава (куриное просо)		Зел. лисохвост	
(G ^{A1} /HA)	Парт. 1	Парт. 2	Парт. 1	Парт. 2	Парт. 1	Парт. 2	Парт. 1
H	100	100	100	0	0	60	60
	40	100	100	0	0	30	40
	20	90	80	0	0	10	10
	10	70	70	0	0	0	0
	500	100	80	50	40	90	95
	200	80	90	30	40	70	70
I	100	80	80	30	30	70	60
	40	60	70	30	30	50	50
	20	40	40	10	10	40	40
	10	5	5	10	10	10	10
	500	100	100	100	100	100	100
	200	100	100	100	100	100	100
	100	100	100	100	100	100	100
J	Количество в г. а. в/га соединения (G ^{A1} /HA)	Степень тенения, %					
мое соединение		Кук> груза	Ам.трава (куриное просо >со)			Зел. лис	охвост
		Парт. 1	Парт. 2	Парт. 1	Парт. 2	Парт. 1	Парт. 2
H	100	100	100	0	0	60	60
	40	100	100	0	0	30	40
	20	90	80	0	0	10	10
	10	70	70	0	0	0	0
	500	100	80	50	40	90	95
	200	80	90	30	40	70	70
I	100	80	80	30	30	70	60
	40	60	70	30	30	50	50
	20	40	40	10	10	40	40
	10	5	5	10	10	10	10
	500	100	100	100	100	100	100
	200	100	100	100	100	100	100
J	100	100	100	100	100	100	100
	40	100	100	100	100	100	100
	20	100	100	100	100	100	100
	10	100	100	100	100	100	100

Ответственный за выпуск

Ногай С.А.

Кыргызпатент, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41, факс: (312) 68 17 03