



(19) KG (11) 183 (13) C2

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)
(51)⁶ A01N 43/653;
C07D 249/12

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Кыргызской Республики

(21) 940252.1

(22) 10.08.1994

(31) 238904

(32) 31.08.1988

(33) US

(46) 01.04.1997, Бюл. №4, 1997

(71)(73) ФМК Корпорейшн (US)

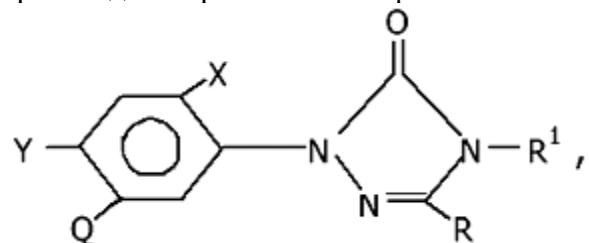
(72) Кетлин Меган Песс (US)

(56) Патент США №4318731, кл. A01N 43/64, 1986

(54) Производные триазолинона, гербицидная композиция, способ подавления сорняков

(57) Использование: сельское хозяйство, химическое средство защиты растений.

Сущность изобретения: производные триазолина на ф-лы I



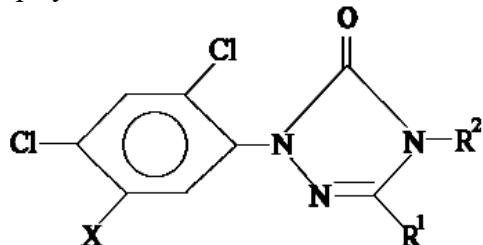
где R-C₁-C₄ алкил, R¹-C₁-C₄-галоалкил, X и Y галоген, Q-CH(R²)C(R³)(R⁴)Q' или CH = C(R⁴)Q', R² - водород, галоген, R³ - галоген, R⁴ - водород или низший алкил, Q¹-CO₂HCO₂R⁵ CON(R⁶)(R⁷), CN, COR₅CHO, R⁵-C₁-C₄ - алкил, бензил, C₁-C₄-алкоксикарбонил-C₁-C₄-алкил где R₆ и R₇ каждый независимо друг от друга водород или радикал C₂-C₄-алкил, циклопропил, C₁-C₄ алкенил, C₁-C₄-алкокси, фенил, бензил или SO₂R⁶ или R⁶ - отличен от водорода или является одним из указанных радикалов, замещенных атомом галогена, низшим алкилом, циан или соль присоединения основания этого соединения, в котором Q'-CO₂H гербицидная композиция на основе производного ф-лы I в количестве 10 -90 мас. % и способа подавления с использованием соединения ф-лы I в количестве 0.0625 - 0.5 кг/га. 3 н.з. и 1 з.п. ф-лы, 4 табл.

Изобретение относится к гербицидным 1-арил-4,5-дигидро-1,2,4-триазол-5 (1Н)-он-

ам.

Гербицидная активность некоторых 1-арил-4,5-дигидро-1,2,4-триазол-5(1Н)-онов (известных также как 1-арил- Δ^2 -1,2,4-триазолин-5-оны), была описана в патентной литературе.

Опубликованная патентная заявка Великобритании №2090250 раскрывает гербицидные соединения формулы

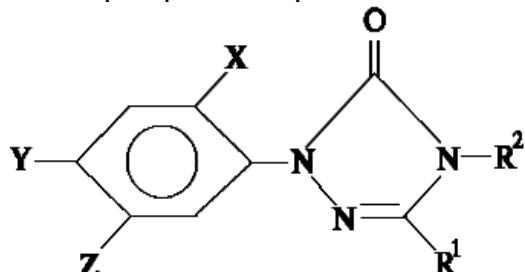


где R¹ - алкиловая группа;

R² - алкиниловая группа, галометиловая группа или галоэтиловая группа;

X - алкокси - группа, алкенилокси - группа, алcoxиалкокси - группа, алкинилокси - группа, гидрокси- группа, галометилокси-группа или галоэтилокси - группа.

Японская Kokai 58-225070 раскрывает гербицидные соединения формулы



где R¹ - 1-4С-алкил;

R² - H, 1-4С-алкил, галометил или 3-4С алкинил;

X - Cl или Z; Y - Cl, Br, OH или OR³;

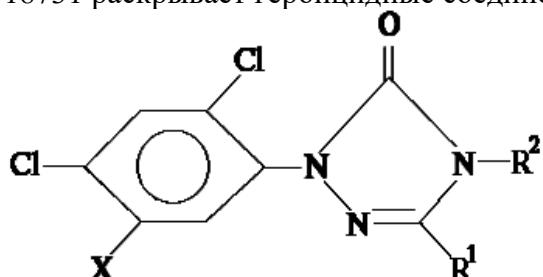
R³ - 1-4С-алкил или бензил;

Z - H, карбокси, цианометокси, COOR⁴, COSR⁵ или CON(R⁶)(R⁷);

R⁴ - 1-4С-алкил или 3-4С алcoxиалкокси;

R⁵ - 1-4С-алкил; и R⁶ и R⁷-H, 1-4С-алкил или алcoxи.

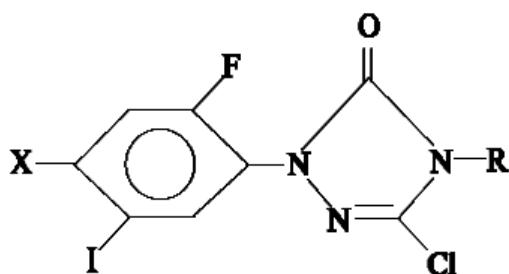
Патент США № 4318731 раскрывает гербицидные соединения формулы



где R¹ - C₁-C₄-алкил;

R - водород, C₁-C₆ - алкил или C₁-C₄-алкенил;

X - гидрокси, C₁-C₄-алкил, C₁-C₆ - алкилокси, алкилоксиалкокси, из которого два алкила могут быть теми же самыми или различными и каждый алкил -C₁-C₄, C₂-C₄ алкенилокси или алкилоксикарбонилалкокси, в котором два алкила могут быть теми же самыми или различными и каждый алкил -C₁-C₄. Патент США №4404019 раскрывает гербицидные соединения формулы

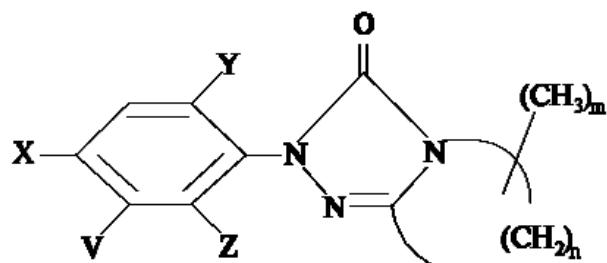


где R - C₁-C₄- алкиловая группа, C₃-C₄-алкениловая группа или C₃-C₄-циклоалкиловая группа;

X - атом хлора или брома;

Y - атом водорода или C₁ - C₄-алкокси группа.

Патент США №4323773 раскрывает 1,2,4-триазолин-5-оны с конденсированным ядром формулы



где V может быть алкилом;

X - F, Cl, Br, CN, CH₃ CH₃O или NO₂;

J - H, F, Cl, Br или CH₃;

Z - H, F, Cl или Br;

n=3-5;

m=0-2;

Q-Q или S.

Международная заявка PCT №085/01637, 1985, WO №85/04307, 1986, WO №86/02642, 1986, WO 87/00730, 1987 раскрывают другие различные замещенные арил-1,2,4-триазолин-5-оны, в которых заместителями в 5-положении бензольного кольца ариловой группы являются, например, алкокси, алкинилокси, алкенилокси, тетрагидрофуанилокси или подобный гетероцикликси, группа формулы OR₃COOR₄ (где R₃ может быть алкиленом или галоалкиленом и R⁴ может быть замещенным алкилом, алкенилом и т.п.), алкилом, цианоалкилом, COR⁶, CH₂COR⁶ или CH/CH₃/COR⁶ (где R⁶, например, - алкокси или алкил-замещенный амино).

Соединения изобретения являются гербицидные 1-арил-4,5-дигидро-1,2,4- триазол-5(1H)-оны, такие, в которых атом углерода в 5- положении бензольного кольца имеет заместитель (Q), где Q - группа формулы - CH (R²) C (R³) (R⁴) Q'; или -CH=C(R⁴)Q' в которой Q' - карбоксильная группа (т.е. COOH) или соль, эфир, амид или нитрил такой карбоксильной группы. Таким образом, Q' может быть:

CO₂H,

CO₂Z₅,

CO₂R₅,

CON(R⁶)(R⁷) или

CN

В другом аспекте этого изобретения Q' может быть альдегидной или кетоновой группой, например, -CHO или COR⁵.

Z может быть солеобразующей группой, такой, которая образует основную соль с карбоновой кислотой, например ион натрия, калия, кальция, аммония, магния, или моно-, ди-, или три-(C₁-C₄-алкил) аммония или ион сульфония или сульфоксония.

R⁵ может быть алкилом, алкокси-карбонилалкилом, циклоалкилом, например, с 3-6 атомами углерода, таким как циклопропил или цикlopентил, аралкилом, таким как бензил

или замещенный бензил, например, хлорбензил, алкилбензил или галоалкилбензил, такой как 4-хлорбензил или 4-трифторметилбензил.

R^6 и R^7 могут каждый независимо быть H, OH, алкилом, циклоалкилом, алкенилом, алкинилом, например пропинилом, алкокси, фенилом, бензилом или SO_2R^6 (в которых R^6 другой, кроме H), или любым из предшествующих, имеющих дополнительные заместители; такими дополнительными заместителями могут быть галоген (например, в галоалкиле, таком, как хлорэтил, галофениле, таком как хлорфенил, галобензиле, таком как хлорбензил), алкил или циано-.

В предшествующей формуле для Q, R^2 и R^3 каждый независимо может быть водородом или галогеном (таким как хлор, бром или фтор), в то время как R^4 может быть H или низшим алкилом.

Другими заместителями в гербицидных 1-арил-4,5-дигидро-1,2,4-триазол-5(1H)-онах этого изобретения могут быть, например, любые из тех, которые присутствуют в гербицидных арилтриазолинонах известного уровня, упомянутого выше. Например, эти другие заместители выбираются таким образом, чтобы 5-метокси и 5-пропаргилокси аналоги соединений данного изобретения были гербицидами, 5-метокси аналог соединения этого изобретения имеет формулу, идентичную формуле соединения этого изобретения во всех отношениях, за исключением того, что атом углерода кольца в 5- положении бензольного кольца имеет заместителем метокси вместо заместителя Q, как указывалось выше. Таким же образом, 5-пропаргилокси аналог идентичен, за исключением того, что углерод в 5- положении своего бензольного кольца имеет заместителем пропаргилокси вместо заместителя Q, как указывалось выше. Таким образом, 5-метокси аналог соединения 3 табл. 1 ниже представляет собой 1-(2,4-дихлоро-5-метоксифенил)-4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(H)-он и 5-пропаргилокси аналог соединения 3 1-(2,4-дихлоро-5-пропаргилоксифенил)-4-дифторометил 4,5-дигидро-3-метил 1,2,4-триазол-5(H)-он.

В соединениях данного изобретения 5-метокси аналоги и 5-пропаргилокси аналоги обладают существенными гербицидными свойствами. Например, указанные аналоги демонстрируют 50 %-ное уничтожение, по меньшей мере, одного из следующих видов растений при применении, по меньшей мере, одного из следующих режимов с расходом 0.5 кг/га, а более предпочтительно, демонстрируют уничтожение на 50 %, по меньшей мере, при применении с расходом 0.1 кг/га.

Виды:

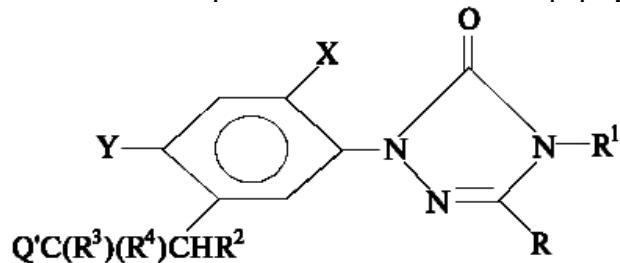
канатник Теофраста (*Abutelon theophrasti*), щетинник зеленый (*Seratia viridis*);

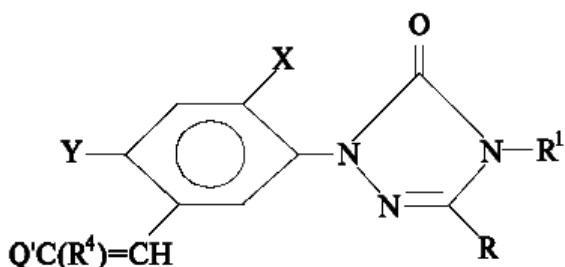
Режимы:

до появления ростков, после появления ростков. Испытание на такую гербицидную активность можно провести так, как описано ниже под заголовком "Гербицидная активность".

Соединения по изобретению представлены в табл. 1 ниже.

Многие соединения этого изобретения можно описать формулами



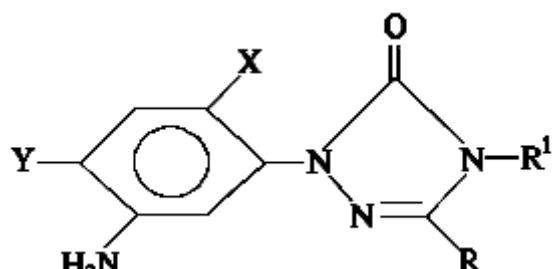


в которых Q^1 , R^2 , R^3 , и R^4 имеют значения, указанные выше, и заместители R и R^1 на кольце триазолинона могут быть любыми из известных в литературе, указанной выше. Например, каждый из R и R^1 может независимо быть низшим алкилом (предпочтительно метилом) или гало низшим алкилом, таким, как фтором низший алкил (например, CF_2CHF_2 или CHF_2). R может быть, также, атомом галогена, таким, как хлор. Предпочтительно, R -метил и R^1CHF_2 . Заместителем X может быть водород; галоген - такой как хлор, бром или фтор, предпочтительно фтор; алкил - такой как низший алкил, например, метил; галоалкил - такой как гало низший алкил, например CF_3 , CH_2F или CHF_2 ; алкокси - такой как низший алкокси (например, метокси); или нитро; и Y может быть водород; галогеном - такой как хлор, бром или фтор (предпочтительно бром или хлор); алкилом - такой как низший алкил (например, метил); алкокси - такой как низший алкокси (например, метокси); галоалкилом - такой как гало низший алкил (например, фторалкил); гало низшим алкилсульфонилом (например - $SOCF_3$); или гало низшим алкокси (например - $OCHF_2$). Предпочтительными в данном случае X , Y заместителями являются; 2-F, 4-Cl; 2-F, 4-Br; 2,4-d; Cl; 2-Br, 4-Cl; и 2-F, 4-CF₃.

В каждом аспекте изобретения часто бывает желательным, чтобы любая половина алкила, алкенила, алкинила или алкилена (такая как углеводородная половина алкокси или галоалкокси группы) имела менее 6 атомов углерода, например 1-3 или 1-4 атомов углерода, и чтобы любая циклоалкильная половина имела 3-7 кольцевых атомов углерода, предпочтительно 3-6 атомов.

Любое кислотное соединение этого изобретения, включая сульфонамиды, в которых $NR^6R^7NHSO_2R^6$, может быть преобразовано в соответствующую основную соль, такую как соль, в которой солеобразующим катионом является Z (Z -то же, что указано выше).

Предлагаемые соединения можно получить способами, описанными в литературе или в следующих примерах, либо способами, аналогичными и подобными им и в соответствии с технологией. На стадии А примеров 1 и 3 ниже, амино соединение формулы



(такое как соединение, показанное в примере 1 Международной патентной заявки WO/87/037820, опубликованной 2 июля 1987 г) реагирует (согласно реакции арилирования Meerwein или ее модификации) с олефиновым соединением, имеющим формулу $CHR^2=CR^4Q$ чтобы получить соединение по формуле 1, указанной выше, где Q - это $CH(R^2)C(R^3)(R^4)Q$ и R^3 - галоген. В этом типе реакции амино соединение превращается в соль диазония, которая затем реагирует с олефиновым соединением по радикальному механизму. Реакция арилирования Meerwein приведена в статье Doyle et al in J Org. Chem. 42, 2431, 1977, которая также описывает модификацию этой реакции, в которой используются алкил нитрил и галид меди (1). Стадия А примеров 1 и 3 использует

модификацию Doyle et al. Вместо этого можно использовать немодифицированную реакцию, в которой галид арендиазония вначале готовится в водном галогеновом кислотном растворе и затем смешивается с олефиновым соединением в присутствии соответствующего растворителя, например в ацетоне, с последующим добавлением соли, меди, такой как хлорид меди (1).

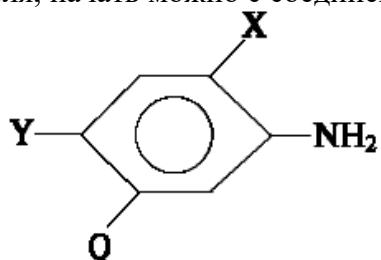
Примерами олефиновых соединений с формулой $\text{CHR}^2=\text{CR}^4\text{Q}'$ являются акрилат метила, акрилат этила, метакрилат метила, кротонат метила, 3-хлораакрилат метила, метакролеин, винил метил кетон, метакрилонитрил и акриламид.

Продукт, полученный реакциями, описанными выше, т.е. соединение формулы I, в которых $\text{Q}'-\text{CH}(\text{R}^2)\text{C}(\text{R}^3)(\text{R}^4)\text{Q}'$ и в которых R^3 -галоген, можно подвергнуть обработке для получения других соединений данного изобретения. Отщепление галоидоводорода от этого соединения, например, гидридом натрия или другим подходящим основанием, если R^2 -водород, дает соединение формулы II, в которой $\text{Q}'=\text{CH}=\text{C}(\text{R}^4)\text{Q}'$ (как в примере 1B). Это соединение можно галоидировать или гидрировать для получения соединения, в котором $\text{Q}'=\text{CH}(\text{R}^2)\text{C}(\text{R}^3)(\text{R}^4)\text{Q}'$ и R^3H (при гидрировании, как в примере 1C), или R^2 и R^3 -галоген (при галоидировании как в примере 2). Когда $\text{Q}'=\text{CO}_2\text{H}$ (как получено в примере 3A), кислотное соединение формулы I можно преобразовать (как в примерах 4 и 5) в соответствующий амид, обработкой вначале таким реагентом, как хлорид тионила для получения кислотного галида (в котором O' , например, $=\text{COCl}$), а затем реакцией с амmonием или амином. Вариантные способы образования амида, включающие карбодиимидное промежуточное сочетание, показаны в примерах 3B, 6 и 7. В примерах 3B и 6 амид получается из карбоновой кислоты (например, формулы 1) и амина в присутствии дициклогексилкарбодиимида, 1-гидроксибензотриазола и основания, такого как третичный амин, например, N,N-дизопропилэтиламин или триэтиламин, в растворителе, таком как тетрагидрофуран. В примере 7 амид получается из карбоновой кислоты и сульфонамида в присутствии 1,1'-карбоксилдиimidазола и сильного основания, такого как 1,8-диазабицикло[5.4.0]ундец-7-ен в растворителе.

Вместо начала с амино соединения (например, формулы III) можно начать с другого идентичного соединения, имеющего группу CHO вместо группы NH₂ и подвергнуть его реакции с реагентом Wittig или таким, как реагент Wadsworth-Emmons, чтобы получить соединение формулы II. Таким образом, реагентом может быть алкилиден фосфоран, алкилиденовая группа которого имеет формулу C(R⁴)Q' такой, как (C₆H₅)₃P=CHCO₂R⁵ или он может быть или - дом фосфоната, включающим диэфир фосфоната, в котором группа непосредственно присоединенная к атому P, имеет формулу -CP(R₄)Q', такой как (C₂H₅O)₂P(O)CH₂CO₂R⁶, используемый вместе с например, NaN известным образом, R⁵-предпочтительно низший алкил, такой как метил или этил. Соединение формулы II может гидрироваться, чтобы получить соединение формулы I. R² и R³ оба - водород, или галоидироваться например, хлором, чтобы получить соединение формулы I, в которой R и R³-оба галогены. Последнее соединение может, в свою очередь, дегидрогалогенироваться, чтобы получить соединение формулы II, в которой R⁴-галоген, а затем гидрироваться, чтобы соединение формулы I, в которой R⁴-галоген; R³ и R²-H.

Получение соединения с группой CHO вместо NH₂ группы формулы III. показано в примере 8.

Вместо начального соединения, содержащего триазолиноновое кольцо, и добавления к нему Q заместителя, начать можно с соединения формулы IV



а затем образовать кольцо триазолинона. Соединения формулы IV показаны, например, в европейских патентных заявках №300387 и №300398, NH₂-группа может быть преобразована в кольцо триазолинона известным образом. Например, ее можно преобразовать в NHNH₂, т.е. в гидразиновую группу обычным образом: диазотированием с последующим восстановлением сульфитом натрия, а гидразиновую группу - в кольцо триазолинона. Если X и Y - другие заместители, кроме H, такие заместители можно ввести на разных стадиях процесса. В примерах 1-8 такие заместители вводятся до образования соединения, содержащего Q заместитель. Один или оба таких заместителя можно ввести после введения Q заместителя, например заместитель - хлор в бензольном кольце можно ввести на одной из стадий галогенирования, которые модифицируют Q заместитель, как описано выше.

Пример 1. Метил 3-[2,4-дихлоро-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро 3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил] пропионат.

Стадия А. Метил 2-хлор-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил]пропионат.

К холодной (0°C) перемешанной смеси из 28.7 г (0.333 моль) метилового акрилата, 2.51 г (0.0244 моль) трет-бутил нитрита и 2.6 г (0.019 моль) хлорида меди (II) в 50 мл ацетонитрила был добавлен по каплям раствор 5.0 г (0.016 моль) 1-(5-амино-2,4-дихлорфенил (-4-дифторометил)-4,5 -дигидро-3 -метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она в 15 мл ацетонитрила. После полного добавления реакционная смесь согревалась до комнатной температуры и перемешивалась приблизительно 18 ч. Затем она разбавлялась 15 мл раствора 2н. соляной кислоты. Смесь экстрагировалась четырьмя частями диэтилового эфира. Соединенные экстракты высушивались в ангидридном сульфате магния, фильтровались и фильтрат выпаривался при пониженном давлении, чтобы получить масло. Масло очищалось колонной хроматографией на кремниевом геле, элюированием н-гептан: этил ацетатом (4:1), чтобы получить 5.0 г метил 2-хлор-3 - [2,4-дихлоро-5 -4-дифторометил-4,5 -дигидро-3-метил-5-оксо-1 Н-1,2,4-триазол-1 -ил) фенил] пропионат в виде масла. Соединение 3 табл. 1.

Стадия В. Метил 3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5- оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил]-2-пропеноат.

К перемешанному холодному раствору (0°C) 4.16 г (0.0100 моль) метил 2-хлор-3-[2,4-дихлор-5- (4-дифторометил-4,5 -дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1 -ил) фенил] пропионата в 15 мл N,N-диметилформамида было добавлено порциями 0.29 г (0.012 моль) гидрата натрия. После полного добавления реакционная смесь согревалась до комнатной температуры и перемешивалась 30 мин. В течение 6 ч реакционная смесь нагревалась при 60°C, затем перемешивалась при комнатной температуре приблизительно 18ч. Реакционная смесь выливалась в ледяную воду, и полученная водная смесь экстрагировалась четырьмя порциями диэтилового эфира. Экстракты объединялись и промывались последовательно водой и водным насыщенным раствором хлорида натрия. Промытая органическая фаза высушивалась в безводном сульфате магния и фильтровалась. Фильтрат выпаривался при пониженном давлении, и получалась белая пена. Пена очищалась колонной хроматографией на кремниевом геле, элюировалась н-гептан: этил ацетатом (4:1) для выхода 1.63. Метил 3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил]-2-пропеноат в виде твердого вещества, т.пл. 148-151°C. Соединение 39 табл.1.

Стадия С. Метил 3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил] пропионат.

Гидрирование 0.59 г (0.0016 моль) метил 3 - [2,4-дихлор-5-4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил]-2-пропеноата (соединение 39) приблизительно 0.2 г (0.0009 моль) окиси платины (IV) приблизительно в 15 мл этилового ацетата дали 0.59 г метил 3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4-5 -дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил]пропионата в виде чистого масла, которое при выставлении

кристаллизовалось. Кристаллы растирались в порошок с нефтяным эфиром и регенерировались фильтрацией, т.пл. 70-73°C. Соединение 1 табл. 1.

Пример 2. Метил 2,3-дигидро-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионат.

Таким же образом 0.24 г (0.00063 моль) метил 3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил]-2-пропеноат (соединение 39) обрабатывалось 6 каплями брома в 15 мл тетрахлорида углерода с тем, чтобы получить 0.40 г метил 2,3-дигидро-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионата в виде твердого вещества. Соединение 10 табл. 1.

Спектр ЯМР совместим с предложенной структурой.

Пример 3. N-циклогексил-2-хлор-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионамид.

Стадия А. 2-хлор-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил]пропионовая кислота.

К перемешанной смеси 26.3 г (0.366 моль) акриловой кислоты, 2.83 г (0.275 моль) трет -бутилового нитрита и 2.94 г (0.0220 моль) хлорида меди (II) в 75 мл ацетонитрила медленно добавлялось 5.65 г (0.0183 моль) 1-(5-амино-2,4-дихлорфенил)-4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она. Реакционная смесь перемешивалась при комнатной температуре 3 ч. Затем она выливалась в раствор 2н. соляной кислоты и все экстрагировалось диэтиловым эфиром. Органическая фаза высушивалась в безводном сульфате магния, фильтровалась и фильтрат выпаривался при пониженном давлении для выхода твердого вещества желтого цвета. Твердое вещество растиралось в порошок с водой и фильтровалось. Отжатый осадок высушивался для получения 5.9 г 2-хлор-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-2-ил)-фенил]пропионовой кислоты. Соединение 2 табл. 1.

Спектр совместим с предложенной структурой. Подготовленный подобным же образом образец соединения 2 имел температуру плавления 138-141°C.

Стадия В. N-циклогексил-2-хлор-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионамид.

Перемешанный раствор 0.50 г (0.0013 моль) 2-хлор-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионовой кислоты (соединение 2), 0.071 г (0.0013 моль) циклогексиламина, 0.17 г (0.001 моль) 1-гидроксибензотриазол гидрата и 0.18 г (0.0014 моль) N,N-дизопропилэтиламина приблизительно в 15 мл тетрагидрофурана охлаждался до 0°C. К этой холодной смеси добавлялось 0.26 г (0.0013 моль) 1,3-дициклогексилкарбодиимида. После полного добавления реакционная смесь выстаивалась до комнатной температуры и перемешивалась приблизительно 18 ч. Реакционная смесь фильтровалась. Фильтрат разбавлялся четыреххлористым углеродом и промывался последовательно в растворе 1н. соляной кислоты, в водном 10 %-ном растворе гидроксида натрия, воде и водном насыщенном растворе хлорида натрия. Органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния, фильтровалась и фильтрат выпаривался при пониженном давлении для получения 0.43 г N-циклогексил-2-хлоро-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионамида как твердого вещества, с температурой плавления 139-143°C, соединение 17 табл. 1.

ЯМР- и ИК-спектры соответствовали предложенной структуре.

Пример 4. N-метил-N-метокси-2-хлоро-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионамид.

Смесь 0.50 г (0.0013 моль) 2-хлоро-3-[2,4-дихлор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-фенил] пропионовой кислоты (соединение 2) и 5 мл тионил хлорида перемешивалась при нагреве с обратным холодильником в течение 3 ч. Смесь охлаждалась и избыток тионилхлорида удалялся дистилляцией при пониженном

давлении, оставляя остаток. Остаток прибавляли к холодному раствору 0.13 г (0.0014 моль) N, O-диметилгидроксиламин гидрохлорида и 0.11 г (0.0014 моль) пиридина в 20 мл тетрагидрофурана. Полученная смесь перемешивалась при комнатной температуре приблизительно 18 ч. Реакционная смесь разбавлялась диэтиловым эфиром и промывалась последовательно 1 н. раствором соляной кислоты водой и водным насыщенным раствором хлорида натрия. Промытая органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния и фильтровалась. Фильтрат выпаривался при пониженном давлении для получения 0.37 г N-метил-N-метокси-2-хлоро-3-[2,4-дихлоро-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил]пропионамида в виде масла. Соединение 22 табл. 1.

ЯМР- и ИК-спектры были совместимы с предложенной структурой.

Пример 5. N-метилсульфонил-2-хлоро-3-[2,4-дихлоро-5(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил] пропионамид.

Таким же образом, как в примере 4 реакция 0.50 г (0.0013 моль) 2-хлоро-3 [2,4-дихлоро-5-(4-дифторометил-4,6-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил] пропионовой кислоты (соединение 2) с 5 мл тионилхлорида дает остаток. К этому остатку добавляли 0.50 г (0.0052 моль) метансульфонамида. Смесь перемешивалась и нагревалась при 120°C 2 ч. Смесь охлаждалась, разбавлялась метиленхлоридом, и полученный осадок удалялся с помощью фильтрации. Фильтрат промывался водой. Органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния, фильтровалась и фильтрат выпаривался при пониженном давлении для получения 0.21 г М-метилсульфонил-2-хлоро-3-[2,4-дихлоро-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил] пропионамида в виде пены. Соединение 25 табл. 1.

ЯМР- и ИК-спектры были совместимы с предложенной структурой.

Пример 6. 2-хлоро-3-[2,4-дихлоро-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил]-N-(4-хлорофенил) пропионамид.

Перемешанный раствор 0.50 г (0.0013 моль) 2-хлоро-3-[2,4-дихлоро-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил] пропионовой кислоты (соединение 2), 0.16 г (0.0013 моль) 4-хлоранилина, 0.17 г (0.0013 моль) 1-гидроксибензотриазол гидрата и 0.18 г (0.0014 моль) N,N-диизопропилэтамина приблизительно в 15 мл тетрагидрофурана охлаждался до 0°C. К этой холодной реакционной смеси было добавлено 0.26 г (0.0013 моль) 1,3-дициклогексилкарбодииамида. После полного добавления реакционная смесь нагревалась до комнатной температуры и перемешивалась приблизительно 18 ч. Реакционная смесь фильтровалась. Фильтрат разбавлялся четыреххлористым углеродом и промывался последовательно раствором 1 н. соляной кислоты, водным 10 %-ным раствором гидроксида натрия, водой и насыщенным водным раствором хлорида натрия. Органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния, фильтровалась, и фильтрат выпаривался при пониженном давлении для получения 0.28 г 2-хлоро-3-[2,4-дихлоро-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил]-N-(4-хлорофенил) пропионамид в виде масла. Соединение 23 табл. 1.

ЯМР- и ИК-спектры были совместимы с предложенной структурой.

Пример 7. 2-хлор-3-[2-хлор-4-фтор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5 оксо-1Н-1,2,4- триазол-1-ил) фенил]-N-(4-метилфенилсульфонил) пропионамид.

К перемешанному раствору 0.19 г (0.0012 моль) 1,1' - карбонилдииимиазола в 3 мл тетрагидрофурана был добавлен раствор 0.45 г (0.0012 моль) 2-хлор-3-[2- хлор-4-фтор-5-(4-дифторометил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил] пропионовой кислоты, полученной способом примера 3 (стадия А) из 1-(5-амино-4-хлор-2-фторфенил)-4-дифторометил-4,5 -дигидро-3 -метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она в 5 мл тетрагидрофурана.

Реакционная смесь разбавлялась 5 мл тетрагидрофурана. Смесь перемешивалась при комнатной температуре 30 мин, затем нагревалась с обратным холодильником 30 мин. Реакционная смесь охлаждалась до комнатной температуры, и добавлялось 0.20 г

(0.0012 моль) параполуул-сульфонамида. Смесь перемешивалась приблизительно 10 мин и добавлялось 0.17 г (0.0012 моль) 1,8-диазабицикло 5,4,0 ундец-7-ена. Полученная смесь перемешивалась при комнатной температуре приблизительно 18 ч. Реакционная смесь разделялась между диэтиловым эфиром и 1 н. раствором соляной кислоты. Органическая фаза последовательно промывалась водой и водным насыщенным раствором хлорида натрия. Промытая органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния, фильтровалась, и фильтрат выпаривался при пониженном давлении с получением остатка. Этот остаток очищался колонной хроматографией на кремниевом, элюировался н-гептан: этанол: эформом (1:1:1) для выхода 0.23 г 2-хлор-3-[2-хлор-4-фтор-5-(4-диформетил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил]-N-(4-метилфенилсульфонил)пропионамида в виде твердого вещества, т. пл. 267-269°C. Соединение 38 табл.1.

Спектр ЯМР совместим с предложенной структурой.

Пример 8. Этил 3-[2-хлор-4-фтор-5-(4-диформетил-4,5-дигидро-3- метил-5-оксо-1Н- 1,2,4 - триазол-1-ил) фенил] пропеноат.

Стадия А. 2-(2- хлор- 4- фтор- 5- нитрофенил)-1,3-дитиан.

К раствору 53.2 г (0.261 моль) 2-хлор-4 -фтор- 5-нитробензальдегида в 800 мл хлорида метилена добавлялось 42.2 г (0.390 моль) 1,3-пропандитиола. К смеси добавлялся эфират трехфтористого бора (6.4 мл. 0.052 моль). Полученная смесь перемешивалась в атмосфере сухого азота при комнатной температуре приблизительно 48 ч. Добавлялось дополнительное количество эфирата трехфтористого бора и 1,3-пропандитиола, поскольку анализ смеси реакции тонкослойной хроматографией показал наличие 2-хлор-4-фтор-5-нитробензальдегида. Полученная смесь дополнительно перемешивалась еще 5 ч. Реакционная смесь разбавлялась 300 мл водного 5 %-ного раствора гидроокиси натрия. Органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния и фильтровалась. Фильтрат выпаривался при пониженном давлении, оставляя твердый осадок. Это твердое вещество растворялось в смеси хлорида метилена и н-гептане, после чего твердое вещество кристаллизовалось. Далее оно удалялось фильтрацией, и фильтрат выпаривался при пониженном давлении, оставляя 56.9 г твердого вещества. Его анализ ЯМР - спектроскопией показал, что оно состоит на 90 % из 2-(2-хлор-4-фтор-5-нитрофенил)-1,3-дитиана и на 10 % из 1,3-пропандитиола.

Стадия В. 2-(5-амино-2-хлор-4-фторфенил)-1,3-дитиан.

К перемешанной смеси 20.0 г (0.0681 моль) 2-(2-хлор-4-фтор-5-нитрофенил)-1,3-дитиана в 150 мл уксусной кислоты было добавлено 75 мл тетрагидрофурана. Порциями добавлялся железный порошок (15.8 г, 0.269 моль). После полного добавления реакционная смесь нагревалась до 50°C приблизительно 30 мин. Затем она охлаждалась в ледяной ванне и разбавлялась диэтиловым эфиром. Полученная смесь фильтровалась через фильтрующую подушку из целита. К фильтрату добавлялась вода и удалялась органическая фаза. К органической фазе добавлялся водный раствор бикарбоната натрия с энергичным перемешиванием до тех пор, пока смесь не стала слегка основной. Водная фаза отделялась от органической фазы и удалялась. Водная фаза экстрагировалась диэтиловым эфиром, и экстракты добавлялись к органической фазе. Этот органический раствор высушивался безводным сульфатом магния и фильтровался. Фильтрат выпаривался при пониженном давлении для выхода 13.5 г 2-(5-амино-2-хлор-4-фторфенил)-1,3-дитиана в виде твердого вещества, т. пл. 112-115°C.

ЯМР-спектр совместим с предложенной структурой.

Стадия С. Ацетальдегид 4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил) фенилгидразон.

К перемешанной холодной смеси (-5°C) 10.0 г (0.0379 моль) 2-(5-амино-2-хлор-4-фторфенил)-1,3-дитиана в 100 мл концентрированной соляной кислоты по каплям добавлялся раствор 2.55 г (0.0379 моль) нитрита натрия в 20 мл воды. Эта смесь перемешивалась при -5°C приблизительно 45 мин. По каплям добавлялся раствор 17.1 г (0.0758 моль) дигидрата хлорида олова (II) в 30 мл концентрированной соляной кислоты. Эта смесь перемешивалась в течение 1 ч. Медленно добавлялся раствор 5.16 г (0.117 моль)

ацетальдегида в 200 мл воды. Полученная смесь перемешивалась 1 ч, во время которого образовался осадок. Этот осадок собирался фильтрацией и промывался водой и высушивался для выхода ацетальдегид 4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил) фенилгидразона.

Стадия D. 1-[4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил)-фенил]-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5 (1Н)-она.

К перемешанной смеси 5.00 г (0.0145 моль) ацетальдегид 4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил)-фенилгидразона в 50 мл уксусной кислоты добавлялся по каплям раствор 1.38 г (0.017 моль) цианата калия в 5 мл воды. Смесь перемешивалась при 15°C примерно 1.5 ч. Можно добавить дополнительно водного раствора цианата калия, если анализ реакционной смеси тонкослойной хроматографией показывает присутствие ацетальдегид 4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил) фенилгидразона. При поддержании температуры 15°C, добавлялось 30 мл водного 5 %-ного раствора гипохлорита натрия. Эта смесь перемешивалась при 15°C примерно 1 ч. Растворители удалялись дистилляцией при пониженном давлении для получения осадка. Этот осадок растворялся в этилацетате и промывался последовательно водным насыщенным раствором бикарбоната натрия, водой и водным насыщенным раствором хлорида натрия. Промытый органический раствор высушивался безводным сульфатом магния, и фильтровался. Фильтрат выпаривается при пониженном давлении для выхода 1-[4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил)-фенил]-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она.

Перемешанная смесь 2.5 г (0.0072 моль) 1-[4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил)-фенил]-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она и 3.0 г (0.022 моль) безводного карбоната калия в 30 мл безводного диметилформамида нагревалась при 90°C в сухой атмосфере водорода. Хлордиформетан (газ) пропускался пузырьками через смесь до тех пор, пока флегма газа не появлялась в конденсаторе сухой лед/ацетон, который находился на колбе реакции. После примерно 1 ч реакционная смесь охлаждалась и выливалась приблизительно в 300 мл холодной воды, образуя осадок. Этот осадок собирался фильтрацией, промывался водой и высушивался для выхода 1-[4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил)-фенил]-3-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она.

Стадия F. 1-(4-хлор-2-фтор-5-формил фенил)-4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она.

Смесь из 2.0 г (0.0051 моль) 1-[4-хлор-2-фтор-5-(1,3-дитиан-2-ил)-фенил]-4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она в 25 мл ацетона и 25 мл ацетонитрила медленно, добавлялась к перемешанному холодному (0°C) раствору 5.5 г (0.031 моль) бромсукцинида в 80 мл ацетонитрила и 20 мл воды. Реакционная смесь перемешивалась при 0°C в течение 1 ч. Далее добавлялось приблизительно 15 мл водного насыщенного раствора бисульфита натрия. Добавлялась смесь из 25 мл хлорида метилена и 25 мл н-гептана и смесь встраивалась в разделительной воронке. Органическая фаза удалялась и последовательно промывалась водным насыщенным раствором бикарбоната натрия, водой и водным насыщенным раствором хлорида натрия. Промытая органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния и фильтровалась. Фильтрат выпаривался при пониженном давлении для получения остатка. Этот остаток очищался колонной хроматографией на кремниевом геле для выхода 1-(4-хлор-2-фтор-5-формил фенил)-4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она.

Стадия G. Этил 3-[2-хлор-4-фтор-5-(4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)фенил] пропеноат.

К перемешанному раствору 1.0 г (0.0034 моль) 1-(4-хлор-2-фтор-5-формилфенил)-4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-1,2,4-триазол-5(1Н)-она в 15 мл толуола добавлялось 1.2 г (0.0034 моль) карбэтоксиметилен/трифенилfosфорана. Реакционная смесь перемешивалась при комнатной температуре около 3 ч и затем нагревалась с обратным холодильником около 5 ч. Затем она охлаждалась и разбавлялась диэтиловым эфиrom. Эта смесь последовательно промывалась водой, 1н. соляной кислотой, водным насыщенным

раствором бикарбоната натрия и водным насыщенным раствором хлорида натрия. Промытая органическая фаза высушивалась безводным сульфатом магния и фильтровалась. Фильтрат выпаривался при пониженном давлении для получения остатка. Этот остаток очищался колонной хроматографией на кремниевом геле для выхода этил-3-[2-хлор-4-фтор-5-(4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-2-ил)фенил]пропеноата.

Гербицидная активность.

Испытываемые виды растений, используемых для демонстрации гербицидной активности соединений этого изобретения, включают хлопчатник (*Gossyplum hirsutum*), соевые бобы (*Glycine max* var. *Williams*), кукуруза полевая (*Zea mays* var. *Pioneer 3732*), пшеница (*Triticum aestivum* var. *Wheaton*), рис (*Oryza sativa* var. *Labelle*) ипомея (*Ipomea lac mosa* or *Ipomea hederacea*), дикая горчица (*Brassica kaber*), канатник Теофраста (*Abutilon theophrasti*), просо петушье (*Echinochloa crus-galli*), щетинник зеленый (*Seratia viridis*) и гумай (*Sorghum halepense*).

Подготовка корзин.

До появления всходов. Две корзины одноразового использования (8 см x 15 см x 25 см) для каждого расхода применения для каждого вида гербицида в испытании до появления ростков заполнялись приблизительно на глубину 6.5 см стерилизованной паром супесчаной почвой. Почва выравнивается и шаблоном делаются шесть расположенных на одинаковом расстоянии канавок длиной 13 см и глубиной 0.5 см в обеих корзинах. В пять канавок первой корзины высаживаются семена хлопчатника, сои, кукурузы, риса и пшеницы (шестая остается пустой), а семена дикой горчицы, ипомеи, канатника Теофраста, проса петушьего, щетинника зеленого и гумая высаживаются в шесть канавок второй корзины. С помощью шаблона семена вдавливаются в землю. По верху каждой корзины на глубину 0.5 см однородно наносится слой почвы, состоящий из равных частей песка и супеска. Корзины вначале поливаются водой, а затем раствором испытуемого соединения, как описывается ниже.

После появления ростков. Для данного режима также готовятся 2 корзины для каждого расхода каждого вида гербицида. Эти корзины готовятся так же, как и предыдущие. Подготовленные корзины поливаются в течение 8-11 дней, затем листья появившихся растений спрыскиваются раствором испытуемого соединения, как описывается далее.

Применение гербицидов.

В обоих режимах испытаний гербициды применяются в виде водных ацетоновых растворов, обычно с расходами, уменьшенными последовательно вдвое: 8 кг/га, 4 кг/га, 2 кг/га и т. д.

Четыре корзины (2 до и 2 после появления ростков) помещаются вместе и опрыскиваются 30 мл испытуемого раствора, содержащего соответствующее количество испытуемого соединения, т.е. приблизительно 7.5 мл раствора распыливается на каждую из 4-х корзин. В применении до появления ростков распыливание делается на поверхность почвы, а в другом случае - на листву. После обработки 2 корзины с семенами до появления ростков регулярно поливаются в течение 2-х недель, и в это время регистрируются данные прототоксичности. В тесте с ростками листва выдерживается сухой 24 ч после обработки, затем регулярно поливается 2 недели и регистрируются данные прототоксичности.

Подготовка испытуемых растворов.

Для корзин указанного размера расход 8.0 кг/га активного ингредиента эквивалентен 0.06 г активного ингредиента на 1 корзину (0.24 г на 4 корзины). Весь раствор 0.48 г данного гербицида в 60 мл 50:50 смеси воды и ацетона, содержащей 0.5 % (об/об.) эмульгатора растворителя монолаурата сорбитана, делится на 2 части по 30 мл каждая содержит 0.24 г данного гербицида. При расходе 8.0 кг/га одна из 30 мл частей разбрызгивается неразбавленной на 4 корзины (7.5 мл/корз.). Вторая часть 30 мл еще

разбавляется еще 30 мл водной ацетоновой эмульгаторной смесью, с тем, чтобы получить 60 мл раствора, содержащего 0.24 г данного гербицида. Опять этот раствор делится на 2 части по 30 мл с содержанием в каждой 0.12 г данного гербицида. Одна часть используется для применения без дальнейшего разбавления для 4-х корзин с расходом 4 кг/га. Вторая часть 30 мл еще разбавляется равным количеством вышеупомянутой смеси и полученные 60 мл раствора с 0.12 г делятся на 2 равные части с содержанием в каждой 0.06 г гербицида. Одна часть в 30 мл (0.06 г) используется с расходом 2.0 кг/га, а другая - используется в получении испытуемых растворов с той же самой серийной техникой разбавления и с меньшей концентрацией.

Данные фитотоксичности берутся в виде процентного контроля. Процентный контроль определяется способом, сходным с системой соотношения 0:100 (см. "Research Methods in Weed Science, 2nd ed. B.Truelove. Ed Southern Weed Science Society, Auburn University, 26 Auburn, Alabama 1977).

Система расхода гербицида

Процентный контроль расхода	Описание основных категорий	Описание культуры	Описание сорняка
0	Эффекта нет	Отрицательного влияния на рост или повреждений нет	Нет контроля сорняков
10		Несильное обесцвечивание или задержка роста	Очень слабый контроль сорняков
20	Небольшой эффект	Некоторое обесцвечивание, задержка роста или потеря всходов	Слабый контроль сорняков
30		Повреждение культуры более значительное, но не длительное	Слабый или недостаточный контроль сорняков
40		Слабые повреждения, культура обычно восстанавливается	Недостаточный контроль сорняков
50	Умеренный эффект	Повреждения культуры более длительные, восстановление сомнительно	Недостаточный или умеренный контроль сорняков
60		Длительное повреждение культуры, не восстанавливается	Умеренный контроль сорняков
70		Сильное повреждение и потеря всходов	Контроль менее, чем удовлетворительный
80	Сильный	Культура почти погибла, единичное выживание	Удовлетворительный или хороший контроль.
90		Остаются только единичные живые растения	Очень хороший или отличный контроль
100	Полный эффект	Полная гибель культуры	Полное уничтожение сорняков

Гербицидные данные при выбранных нормах расхода для различных соединений по изобретению даются в табл.3 и 4. Испытываемые соединения указаны в табл.3 и 4 по

номерам, которые соответствуют номерам табл. 1.

При применении гербицидов активные соединения формируют в гербицидные композиции, смешивая их со стимуляторами и носителями, используемыми обычно в данной области техники для облегчения диспергирования активных ингредиентов, с учетом того факта, что композиция и режим применения ядовитого вещества может влиять на активность материала в данном применении. Таким образом, для сельскохозяйственного использования настоящие гербицидные соединения можно формировать в виде гранул относительно большого размера, гранул водорастворимых или вододиспергируемых, в виде мелко размолотого порошка, смачиваемого порошка, эмульгирующихся концентратов, в виде растворов или других формаций в зависимости от желаемого режима использования.

Эти гербицидные соединения можно применять в виде водорастворимых аэрозолей, пылей или гранул, в областях, где требуется подавление роста растительности. Эти композиции могут содержать от 0.1 %, 0.2 %, 0.5 % до 95 % по массе активного ингредиента.

Рустами являются свободно текущие смеси активного ингредиента с сильно измельченными твердыми веществами, такими как тальк, природные глины, кизельгур, порошками, такими как из семян хлопчатника и скорлупы ореха и другими органическими и неорганическими твердыми веществами, которые являются дисперсантами и носителями ядовитого вещества. Эти мелко измельченные вещества имеют средний размер частиц менее 50 мк. Типичной пылевой рецептурой является содержащая 1.0 ч. или меньше гербицидного соединения и 99.0 ч. талька. Смачиваемые порошки также удобны для гербицидов, применяемых до и после появления ростков. Они имеют вид мелко измельченных частиц, которые легко диспергируются в воде или другом дисперсанте. Смачиваемый порошок применяется на почве либо в виде сухой пыли, либо в виде эмульсии в воде или другой жидкости. Типичные носители для таких порошков включают грунт Фуллера, каолиновые глины, кремнеземы и другие высокоабсорбентные легко смачиваемые неорганические растворители. Содержание смачиваемых порошков обычно включает около 5-80 % активного ингредиента, в зависимости от абсорбции носителя, а также небольшое количество смачиваемого, диспергирующего или эмульгирующего агента для облегчения диспергирования. Например, смачиваемый порошок содержит 80.8 ч. гербицидного соединения, 17.9 ч. глины Палметто и 1.0 ч. лигносульфоната натрия и 0.3 ч. сульфонированного алифатического полиэфира как смачивающих агентов.

Далее приведены другие рецептуры смачиваемых порошков, мас. % :

Компонент

Активный ингредиент	40.00
Лингносульфонат натрия	20.00
Аттапульгитова глина	40.00
Всего	100.00

Компонент

Активный ингредиент	90.00
Сульфосукцинат диоктил натрия	0.10
Синтетический мелкий кремнезем	9.90
Всего	100.00

Компонент

Активный ингредиент	20.00
Алкилнафтилинсульфонат натрия	4.00
Лигносульфонат натрия	4.00
Метил целлюлоза с низкой вязкостью	3.00
Аттапульгитовая глина	69.00
Всего	100.00

Компонент	
Активный ингредиент	25.00
Основание	75.00
96 %-ный гидратный алюминий магний силикат	
2 %-ный порошкообразный лигносульфонат натрия	
2 %-ный порошкообразный анионный алкилафталинсульфонат	
натрия	
Всего	100.0

Часто к смеси для применения после появления ростков добавляется дополнительный смачивающий агент и/или масло с тем, чтобы облегчить разбрызгивание на листву и поглощение растением.

Другие рецептуры для гербицидных применений представляют собой эмульгируемые концентраты (ЭК). Это гомогенные жидкости или пасты, способные диспергироваться в воде или другом дисперсанте, и могут состоять целиком из гербицидного соединения и жидкости или твердого эмульгирующего агента или также могут включать жидкий носитель, такой как ксилол, тяжелые ароматические лигроины, изофорон или другой нелетучий органический растворитель. Для гербицидного применения эти концентраты диспергируются в воде или другом жидком носителе и обычно применяются путем орошения. Процент по весу основного активного ингредиента может меняться в соответствии с образом применения композиции, но, как правило, включает 0.5-95 мас.% гербицидной композиции.

Далее следуют примеры эмульгирующихся концентратов, мас. %:

Компонент	
Активный ингредиент	53.01
Смесь алкилнафталинсульфоната и	6.00
полиоксиэтиленовых эфиров	
Эпоксидируемое соевое масло	1.00
Ксилен	39.99
Всего	100.00
Компонент	
Активный ингредиент	10.00
Смесь алкилнафлатинсульфоната и	4.00
полиоксиэтиленовых эфиров	
Ксилен	86.00
Всего	100.00

Текущие рецептуры напоминают ЭК, за исключением того, что активный ингредиент суспенсируется в жидким носителе, обычно воде. Эти рецептуры, как ЭК могут включать небольшое количество поверхностно-активного вещества. Содержание активного ингредиента по массе композиции составляет 0.5-95 %, часто 10-50 %. Для применения они растворяются в воде или другом жидком носителе и обычно применяются в виде аэрозоли.

Далее следуют примеры текущих рецептур, мас. %:

Компонент	
Активный ингредиент	46.00
Коллоидальный магний алюминий силикат	0.40
Алкилнафталинсульфонат натрия	2.00
Параформальдегид	0.10
Вода	40.70
Пропиленгликоль	7.50
Ацетиленовые спирты	2.50
Ксантамовая смола	0.80

Всего	100.00
Компонент	
Активный ингредиент	45.00
Вода	48.50
Очищенная отбеливающая глина	2.00
Ксантамовая смола	0.50
Алкилнафталинсульфонат натрия	1.00
Ацетиленовые спирты	3.00
Всего	100.00

Типичные смачивающие, диспергирующие или эмульгирующие агенты, используемые в сельскохозяйственных формациях включают, но не ограничиваются до алкиловых и алкилариловых сульфонатов и их натриевых солей: алкилариловые полимерные спирты; сульфированные высшие спирты; окиси полиэтилена; сульфированные животные и растительные масла; сульфированные нефтяные масла; эфиры жирных кислот многоатомных спиртов и дополнительных продуктов окиси этилена таких эфиров; и дополнительный продукт меркаптанов с длинной цепью и окиси этилена. В продаже имеются многие другие виды полезных поверхностно-активных агентов. При использовании поверхностно-активный агент обычно составляет 1-15 % по массе от всей композиции.

Другие полезные рецептуры включают простые растворы или суспензии активного ингредиента в относительно нелетучем растворителе, таком как вода, кукурузное масло, керосин, пропиленгликоль или другие подходящие растворители.

Примерами могут служить следующие суспензии, мас. %:

Масляная суспензия	
Активный ингредиент	25.00
Полиоксиэтилен сорбитол гексаолеат	5.00
Вода	70.00
Всего	100.00
Водная суспензия	% по весу
Активный ингредиент	40.00
Сгуститель полиакриловой кислоты	0.30
Додецилфенол полиэтилен гликоловый эфир	0.50
Динатрий фосфат	1.00
Мононатрий фосфат	0.50
Поливиниловый спирт	1.00
Вода	56.70
Всего	100.00

Другие полезные рецептуры для гербицидных применений включают простые растворы активного ингредиента в растворителе, в котором он полностью растворяется с нужной концентрацией, в таком, как ацетон, алкилированные нафталины, ксилол или другие органические растворители. Гранулярные рецептуры, в которых ядовитое вещество содержится в относительно крупнозернистых частицах, особенно пригодны для применения с воздуха или проникновения через покров культуры. Можно использовать также аэрозоли, в которых активный ингредиент распыляется в измельченном виде, как результат испарения носителя растворителя дисперсанта с низкой точкой кипения, такого как фреон фторированные углеводороды.

Водорастворимые или вододиспергируемые гранулы также хороши для гербицидного применения настоящих соединений. Такие гранулярные формации текучи, не образуют пыли и легко растворяются и смешиваются в воде. Растворимые или дисперсные гранулы (см. патент США №3920442) приемлемы для данных гербицидных соединений. При использовании фермером на поле гранулы, эмульгирующиеся

концентраты, текучие концентраты, растворы и т.п. можно разбавлять водой, чтобы получить концентрацию активного ингредиента в пределах от 0.2 или 0.2 % до 1.5 % или 2 %.

Активные гербицидные соединения этого изобретения можно формировать и/или применять с инсектицидами, фунгицидами, нематоцидами, регуляторами роста, удобрениями или другими сельскохозяйственными химикатами, а так же, как эффективные стерилизаторы почвы и селективные гербициды. При применении активного соединения этого изобретения, одного или с другими химикатами используется эффективное количество и концентрация активного соединения, например, с соединением 5 (табл. 1), применяемыми после появления ростков, в количестве даже 7 г/га или меньше, например 7-125 г/га, можно использовать для контроля широколистных сорняков, например канатника Теофраста, ипомеи, дурнишника или паслена, с небольшим ущербом или без ущерба для культур, таких как маис, для полевого применения, где большие потери гербицида, используются большие расходы, например в 4 раза выше.

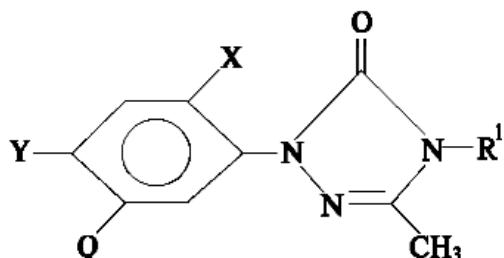
Активные гербицидные соединения этого изобретения можно использовать в комбинации с другими гербицидами, например, их можно смешивать, скажем, с равным или большим количеством известного гербицида, такого как хлорацетанилиловые гербициды, такие как 2-хлор-N-(2,6-диэтилфенил)-N-(метокси-метил) ацетамид (алахлор), 2-хлор-N-(2-этил-6-метилфенил-N)-2 метокси-1-метилэтил (ацетамид/метолахлор), и N-хлорацетилы-(2,6-диэтилфенил)-глицин (диэтатил-этил); бензотиадиазиноновые гербициды, такие как 3-(1-метилэтил)-(1Н)-2,1,3-бензотиадиазин-4-(3Н)-он-2,2-диоксид (бентазон); триазиновые гербициды, такие как 6-хлор-N-этил-(1-метил-этил)-1,3,5-триазин-2,4-диамин(атразин), и 2-[4-хлор-6-(этиламин)-1,3,5-триазин-2-ил] амино-2-метилпропанитрил (цианазин); динитроанилиновые гербициды, такие как 2,6-динитро-N,N-дипропил-4-(трифторметил) бензоламин (трифторалин); ариловые гербициды мочевины, такие как N'-(3,4-дихлорфенил)-N, N-диметилура (диурон) и N,N-диметил-N'-[3-трифторметил-фенил] уреа (флюометурон); 2-[(2-хлор-фенил) метил]-4,4-диметил-3-изоксазолидинон.

Данные ЯМР-спектроскопии

Соединение 10	2.48 (с, 3H, CH ₃), 3.89 (с, 3H, OCH ₃), 4.81 (шир.с., 1H, CHBr), 5.80 (шир.с., 2H, CHBr), 7.05 (т., 1H, J _{HF} =58 Гц, CHF ₂), 7.55 (с., 1H ароматика), 7.60 (с., 1H, ароматика);
Соединение 17	0.48 (шир.с., 2H, CH ₂), 0.72 (шир.с., 2H, CH ₂), 2.42 (с., 3H, CH ₃), 2.65 (м., 1H, CH-N), 3.15 (дд., 1H, CH-Ar), 3.65 (дд., 1H, CH-Ar), 4.46 (т., 1H, CHCl), 6.74 (с., 1H, NH), 7.0 (т., 1H, J _{HF} =58 Гц, CHF ₂), 7.4 (с., 1H, ароматика), 7.55 (с., 1H, ароматика);
Соединение 22	2.45 (с., 3H, CH ₃), 3.17 (с., 3H, NCH ₃), 3.28 (дд., 1H, CHAr), 3.62 (с., 3H, OCH ₃), 4.46 (т., 1H, CHCl), 7.02 (т., 1H, J _{HF} =58 Гц, CHF ₂), 7.40 (с., 1H, ароматика), 7.55 (с., 1H, ароматика);
Соединение 23	2.44 (с., 3H, CH ₃), 3.26 (дд., 1H, CH-Ar), 3.70 (дд., 1H, CH-Ar), 4.72 (т., 1H, CHCl), 7.02 (т., 1H, J _{HF} =58 Гц, CHF ₂), 7.20-7.60 (м., шир., Н, ароматика);
Соединение 25	2.45 (с., 3H, CH ₃), 3.20 (дд., 1H, CH-Ar), 3.30 (с., 3H, SO ₂ -CH ₃), 3.70 (дд., 1H, CH-Ar), 4.60 (т., 1H, CHCl), 7.09 (т., 1H, J _{HF} =58 Гц, CHF ₂), 7.28 (с., 1H, NH), 7.40 (с., 1H, ароматика), 7.60 (с., 1H, ароматика);
Соединение 32	2.45 (с., 3H, CH ₃), 3.22 (дд., 1H, CH-Ar), 3.30 (с., 3H, SO ₂ -CH ₃), 3.64 (дд., 1H, CH-Ar), 4.60 (т., 1H, CHCl), 7.05 (т., 1H, J _{HF} =58 Гц, CHF ₂), 7.30 (с., 1H, NH), 7.30 (д., J _{HF} =11 Гц, ароматика), 7.44 (д., 1H, J _{HF} =9.0 Гц, ароматика);
Соединение 42	2.48 (с., 3H, CH ₃), 5.26 (с., 2H, OCH ₂ -Ar), 6.50 (д., 1H, J _{HH} =16 Гц,

- Соединение 46 олефиновый Н), 7.05 (т., 1Н, $J_{HF}=58$ Гц, CHF_2), 7.26-7.70 (м., 7Н, ароматика), 8.0 (д., 1Н, $J_{HH}=16$ Гц, олефиновый Н);
 2.40 (с., 3Н, CH_3), 3.30 (дд., 1Н, CH-Ar), 3.50 (дд., 1Н, CH-Ar), 4.72 (т., 1Н, CHCl), 7.55 (т., 1Н, $J_{HF}=58$ Гц, CHF_2), 7.70 (д., 1Н, $J_{HF}=9.0$ Гц, ароматика), 7.75 (д., 1Н, $J_{HF}=11$ Гц, ароматика), 13.60 (шир, с., 1Н, CO_2H);
- Соединение 56 1.20 (д., 3Н, $J_{HH}=9.0$ Гц, CH_3), 1.3 (д., 3Н, $J_{HH}=9.0$ Гц, CH_3), 2.44 (с., 3Н, CH_3), 3.25 (дд., 1Н, CH-Ar), 3.45 (дд., 1Н, CH-Ar), 4.50 (т., 1Н, CHCl), 5.05 (септет, 1Н, OCH), 7.04 (т., 1Н, $J_{HF}=58$ Гц, CHF_2), 7.30 (д., 1Н, $J_{HF}=11$ Гц, ароматика), 7.42 (д., 1Н, $J_{HF}=9.0$ Гц, ароматика);
- Соединение 59 1.20 (д., 6Н, $J_{HH}=9.0$ Гц, CH_3), 2.45 (с., 3Н, CH_3), 4.2 (септет, 1Н, NCH), 5.44 (шир. д., 1Н, NH), 6.30 (д., 1Н, $J_{HH}=15$ Гц, олефиновый Н), 7.04 (т., 1Н, $J_{HF}=58$ Гц, CHF_2), 7.59 (с., 1Н, ароматика), 7.62 (с., 1Н, ароматика), 7.86 (д., 1Н, $J_{HH}=15$ Гц, олефиновый Н);
- Соединение 62 2.42 (с., 3Н, CH_3), 3.09 (дд., 1Н, CH-Ar), 3.42 (дд., 1Н, CH-Ar), 4.32 (т., 1Н, CHCl), 7.50 (т., 1Н, $J_{HF}=58$ Гц, CHF_2), 7.62 (д., 1Н, $J_{HF}=9.0$ Гц, ароматика), 7.70 (д., 1Н, $J_{HF}=11$ Гц, ароматика);
- Соединение 63 2.4 (с., 3Н, CH_3), 3.08 (дд. дН, CH-Ar), 3.40 (дд., 1Н, ароматика), 4.22 (т., 1Н, CHCl), 7.54 (т., 1Н, $J_{HF}=58$ Гц, CHF_2), 7.60 (д., 1Н, $J_{HF}=9$ Гц, ароматика), 7.64 (д., 1Н, $J_{HF}=9$ Гц, ароматика);
- Соединение 74 2.45 (с., 3Н, CH_3), 5.80 (шир. с., 2Н, NH_2), 6.45 (д., 1Н, $J_{HH}=15$ Гц, олефиновый Н), 7.04 (т., 1Н, $J_{HF}=58$ Гц, CHF_2), 7.60 (с., 1Н, ароматика), 7.64 (с., 1Н, ароматика), 7.92 (д., 1Н, $J_{HH}=15$ Гц, олефиновый Н)

Таблица 1



Номер соединения	X	Y	Q	R ¹
1	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{CH}_3$	CHF_2
2	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{H}$	CHF_2
3	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{CH}_3$	CHF_2
4	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$	CHF_2
5	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$	CHF_2
6	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Br})\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$	CHF_2
7	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	CHF_2
8	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_3$	CHF_2
9	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$	CHF_2
10	Cl	Cl	$\text{CH}(\text{Br})\text{CH}(\text{Br})\text{CO}_2\text{CH}_3$	CHF_2
11	Cl	Cl	$\text{CH}(\text{Br})\text{CH}(\text{Br})\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$	CHF_2
12	Cl	Cl	$\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}(\text{Cl})\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$	CHF_2
13	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{C}(\text{Cl})(\text{CH}_3)\text{CO}_2\text{CH}_3$	CHF_2
14	Cl	Cl	$\text{CH}_2\text{CH}(\text{Cl})\text{C}(\text{O})\text{NH}_2$	CHF_2

15	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHCH3</chem>	CHF ₂
16	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)N(CH3)2</chem>	CHF ₂
17	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NH-ceclopropyl</chem>	CHF ₂
18	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHCH2CH-CH2</chem>	CHF ₂
19	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHCH2CN</chem>	CHF ₂
20	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHOH</chem>	CHF ₂
21	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHOCH3</chem>	CHF ₂
22	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)N(CH3)OCH3</chem>	CHF ₂

Продолжение таблицы 1

23	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHC6H4-4-Cl</chem>	CHF ₂
24	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHCH2C6H4-4-Cl</chem>	CHF ₂
25	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2CH3</chem>	CHF ₂
26	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2C6H4-4-Cl</chem>	CHF ₂
27	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2C6H4-4-CH3</chem>	CHF ₂
28	F	Cl	<chem>CH2CH(CH3)CO2CH3</chem>	CHF ₂
29	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NH-cyclopropyl</chem>	CHF ₂
30	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHCH2CN</chem>	CHF ₂
31	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)N(CH3)OCH3</chem>	CHF ₂
32	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2CH3</chem>	CHF ₂
33	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2CF3</chem>	CHF ₂
34	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2C6H4-2-Cl</chem>	CHF ₂
35	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2C6H4-3-Cl</chem>	CHF ₂
36	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2C6H4-4-Cl</chem>	CHF ₂
37	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2CH(CH3)2</chem>	CHF ₂
38	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)C(O)NHSO2C6H4-4-CH3</chem>	CHF ₂
39	Cl	Cl	<chem>CH=CHCO2CH3(trans)</chem>	CHF ₂
40	Cl	Cl	<chem>CH=CHCO2C2H5(trans)</chem>	CHF ₂
41	F	Cl	<chem>CH=CHCO2C2H5(trans)</chem>	CHF ₂
42	Cl	Cl	<chem>CH=CHCO2CH2C6H5(trans)</chem>	CHF ₂
43	F	Cl	<chem>CH=(CH3)CO2CH3(trans)</chem>	CHF ₂
44	Cl	Cl	<chem>CH2CHClCN</chem>	CHF ₂
45	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CO2CH3</chem>	CHF ₂
46	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)COOH</chem>	CHF ₂
47	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)COCH3</chem>	CHF ₂
48	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CONHCH2CH2CH3</chem>	CHF ₂
49	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CONHCH2CH2CH2CH3</chem>	CHF ₂
50	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CONHCH(CH3)CH2CH3</chem>	CHF ₂
51	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CONH-cyclopentyl</chem>	CHF ₂
52	Cl	Cl	<chem>CH=CHCONH-cyclopentyl(trans)</chem>	CHF ₂
53	Cl	Cl	<chem>CH=CHCONHCH2CH2CH2CH3(trans)</chem>	CHF ₂
54	Cl	Cl	<chem>CH=CHCONHCH(CH3)CH2CH3(trans)</chem>	CHF ₂
55	F	Cl	<chem>CH=CHCO2CH3(cis/trans mix)</chem>	CHF ₂
56	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CO2CH(CH3)2</chem>	CHF ₂
57	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CONHCH(CH3)2</chem>	CHF ₂
58	Cl	Cl	<chem>CH=CHCONHCH(CH3)2(trans)</chem>	CHF ₂
59	Cl	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CONHCH2H5</chem>	CHF ₂
60	Cl	Cl	<chem>CH=CHCONHC2H5(trans)</chem>	CHF ₂
61	F	Cl	<chem>CH2CH(Cl)CHO</chem>	CHF ₂

62	F	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ Ca ^{1/2} *	CHF ₂
63	F	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ K	CHF ₂
64	F	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ NH(C ₂ H ₅) ₃	CHF ₂
65	Cl	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ CH ₃	CF ₂
66	F	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ CH ₃	CHF ₂
67	F	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ C ₂ H ₅	CF ₂
				CHF ₂

Продолжение таблицы 1

68	F	Cl	CH ₂ C(Cl)(CH ₃)CO ₂ CH ₃	CF ₂
69	Cl	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ CH ₂ CO ₂ CH ₃	CHF ₂
70	Cl	Cl	CH ₂ CH(Br)CO ₂ CH ₃	CHF ₂
71	F	Cl	CH ₂ CH(Cl)CO ₂ Na	CHF ₂
72	Cl	Cl	CH ₂ CH(Cl)C(O)NHSO ₂ CH ₂ C ₆ H ₅	CHF ₂
73	Cl	Cl	CH=CHCO ₂ H(trans)	CHF ₂
74	Cl	Cl	CH=CHC(O)NH ₂ (trans)	CHF ₂

* Соль кальция, содержащая 2 экв. кислотного остатка.

Таблица 2

Номер соединения	Измеряемые температуры плавления, °C		
1	70-73	30	158-160
2	138-141	31	125-127
3	Масло	34	Пена*
4	Масло	35	Масло
5	-/-	36	Пена*
6	-/-	37	Пена*
7	-/-	38	267-269 расл.
8	-/-	39	148-151
9	-/-	40	140-141
10	Твердый прод.	41	119-122
11	58-60	42	101-105
12	Масло	43	96-98
13	-/-	44	Масло
14	164-167	45	Масло
15	Пена*	46	>280
16	Масло	47	Масло
17	139-143	48	Масло
18	Масло	49	Масло
19	155-157	50	Масло
20	Пена*	51	153.5-155
21	Пена	52	162-164
22	Масло	53	74-76
23	Масло	54	85-88
24	Масло	55	Твердое масло

25	Пена*	57	Пена*
26	Пена*	58	188-191
27	Пена*	59	141-142
28	Масло	60	81-83
29	Пена*	62	>280
63	195 расл.	69	Масло
64	Масло	70	-/-
173-174	-//-	71	173-174

Продолжение таблицы 2

66	-//-	72	Масло
67	-//-	73	210-212
68	-//-	74	180-184

* Материалы, указанные как "пена" были регенерированы в виде аморфных твердых продуктов с неопределенной температурой плавления.

Таблица 3
Гербицидная активность до появления ростков, % контроля

Номер соединения	1 0.5	2 0.5	3 0.5	4 0.5	5 0.5	6 0.5	7 0.5	8 0.5	9 0.5
Расход, кг/га									
Виды									
Хлопчатник	0	90	50	70	90	30	90	80	80
Соя	0	0	5	5	0	5	0	0	0
Полевая кукуруза	30	10	10	10	5	10	15	10	10
Рис	60	10	5	15	10	5	15	5	30
Пшеница	5	0	5	10	20	0	0	0	5
Ипомея	50	100	95	100	100	50	90	40	100
Дикая горчица	70	90	100	100	100	60	100	90	95
Канатник Теофраста	95	100	100	100	100	100	95	100	100
Просо петушье	30	5	70	40	20	0	50	5	70
Щетинник зеленый	50	10	85	5	5	0	50	10	30
Гумай	50	30	50	70	40	5	20	60	85

Продолжение таблицы 3

Номер соединения	10 0.5	11 0.5	12 0.5	13 0.5	14 0.5	15 0.5	16 0.5	17 0.5	18 0.5
Расход, кг/га									
Виды									
Хлопчатник	5	10	50	30	90	80	80	60	70
Соя	10	0	0	0	95	95	90	100	90
Полевая кукуруза	0	20	40	10	95	95	95	95	90
Рис	15	40	30	5	95	95	95	90	90
Пшеница	0	5	60	20	95	95	95	100	95
Ипомея	30	50	100	100	100	95	70	100	95

Дикая горчица	100	100	95	100	100	100	100	100	100
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	85	100	95	60	100	95	95	100	90
Щетинник зеленый	100	95	100	5	100	100	100	100	100
Гумай	50	90	85	30	100	100	95	100	95

Продолжение таблицы 3

Номер соединения Расход, кг/га Виды	19 0.5	22 0.5	23 0.5	24 0.5	25 0.5	26 0.5	27 0.5	28 0.5	29 0.5
Хлопчатник	20	40	15	30	80	85	10	0	100
Соя	50	5	5	10	5	5	5	0	100
Полевая кукуруза	80	85	0	5	80	50	70	5	100
Рис	60	30	5	5	40	40	40	5	100
Пшеница	95	90	0	5	85	50	70	15	100
Ипомея	100	95	15	50	100	80	85	20	100
Дикая горчица	100	100	95	100	100	100	100	50	100
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	95	100	5	70	70	15	80	40	100
Щетинник зеленый	95	100	95	100	95	60	95	0	100
Гумай	100	95	20	50	80	50	70	20	100

Продолжение таблицы 3

Номер соединения Расход, кг/га Виды	30 0.25	31 0.5	33 0.25	34 0.25	36 0.25	37 0.25	39 0.5	40 0.5	41 0.5
Хлопчатник	80	70	10	95	30	70	30	10	20
Соя	80	100	0	0	0	5	10	15	0
Полевая кукуруза	85	95	15	5	15	30	30	30	10
Рис	95	85	0	5	5	40	60	40	10
Пшеница	95	95	5	5	10	15	10	5	30
Ипомея	100	100	85	100	100	100	10	20	95
Дикая горчица	100	100	90	95	100	100	95	100	100
Канатник Теофраста	10	100	95	100	100	100	95	100	100
Просо петушье	80	100	5	5	90	30	80	90	10
Щетинник зеленый	100	100	5	0	85	0	100	100	70
Гумай	85	95	15	10	10	30	95	30	20

Продолжение таблицы 3

Номер соединения Расход, кг/га Виды	42 0.5	43 0.5	48 0.25	49 0.25	50 0.25	51 0.25	52 0.25	53 0.25	54 0.25
Хлопчатник	90	5	20	15	10	20	20	40	15
Соя	5	5	70	20	50	30	10	10	40
Полевая кукуруза	5	10	80	40	70	80	30	30	20
Рис	15	10	40	15	10	15	0	5	5
Пшеница	5	10	80	20	50	40	5	10	20

Ипомея	20	80	50	20	70	60	30	30	60
Дикая горчица	80	100	100	50	100	80	100	95	100
Канатник Теофраста	10	100	100	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	20	50	95	85	95	95	5	15	20
Щетинник зеленый	50	100	100	100	100	100	80	95	95
Гумай	20	40	95	70	80	95	15	60	70

Продолжение таблицы 3

Номер соединения Расход, кг/га Виды	57 0.25	58 0.25	59 0.25	60 0.25	62 0.125	63 0.125	64 0.125	65 0.125	66 0.0625
Хлопчатник	80	15	70	5	80	50	70	15	0
Соя	90	80	90	15	0	30	0	10	0
Полевая кукуруза	95	50	90	30	0	0	0	5	5
Рис	70	60	90	50	30	50	30	20	5
Пшеница	95	70	90	30	5	5	5	0	0
Ипомея	80	70	85	50	100	90	100	80	100
Дикая горчица	100	100	100	60	100	100	100	70	0
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	100	95
Просо петушье	95	40	100	80	70	50	60	10	10
Щетинник зеленый	100	100	100	100	40	80	70	50	0
Гумай	95	70	100	95	30	30	60	40	5

Продолжение таблицы 3

Номер соединения Расход, кг/га Виды	67 0.0625	68 0.0625	69 0.25	70 0.25	72 0.25	73 0.25	74 0.5
Хлопчатник	10	0	20	5	5	0	5
Соя	0	0	15	0	5	0	10
Полевая кукуруза	0	0	15	100	10	0	50
Рис	10	0	5	0	10	0	70
Пшеница	5	0	5	0	5	0	40
Ипомея	50	5	95	20	40	5	20
Дикая горчица	50	10	30	0	95	0	100
Канатник Теофраста	50	0	100	90	100	0	95
Просо петушье	5	0	15	0	30	5	70
Щетинник зеленый	0	5	0	0	60	0	95
Гумай	0	0	15	0	30	0	95

Таблица 4
Гербицидная активность после появления ростков, % контроля

Номер соединения Расход, кг/га Виды	1 0.5	2 0.5	3 0.5	4 0.5	5 0.5	6 0.5	7 0.5	8 0.5	9 0.5
Хлопчатник	95	100	100	90	100	100	100	100	100
Соя	50	40	60	80	80	40	80	50	95
Полевая кукуруза	50	30	60	50	50	40	40	40	50
Рис	20	30	40	50	60	15	40	20	20

Пшеница	30	40	20	50	80	30	40	40	20
Ипомея	90	95	100	100	100	90	100	100	100
Дикая горчица	80	95	100	100	100	95	100	100	100
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	50	30	70	85	90	20	60	40	20
Щетинник зеленый	50	15	95	50	100	15	30	40	15
Гумай	30	ND	80	ND	70	10	40	30	40

Продолжение таблицы 4

Номер соединения Расход, кг/га Виды	10 0.5	11 0.5	12 0.5	13 0.5	14 0.5	15 0.5	16 0.5	17 0.5	18 0.5
Хлопчатник	100	95	100	100	100	100	95	100	100
Соя	60	40	60	70	85	95	80	100	80
Полевая кукуруза	50	50	70	50	70	90	80	100	70
Рис	20	15	50	50	30	90	70	95	80
Пшеница	40	30	95	90	90	90	80	100	90
Ипомея	90	90	100	100	100	100	100	100	95
Дикая горчица	95	70	95	100	100	95	85	100	85
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	70	90	95	95	95	100	100	95	70
Щетинник зеленый	40	50	85	100	95	100	95	100	100
Гумай	ND	ND	95	70	ND	90	85	95	80

Продолжение таблицы 4

Номер соединения Расход, кг/га Виды	19 0.5	22 0.5	23 0.5	24 0.5	25 0.5	26 0.5	27 0.5	28 0.25	29 0.5
Хлопчатник	100	100	70	100	100	100	100	80	100
Соя	90	50	40	80	70	90	80	60	95
Полевая кукуруза	95	85	60	60	85	60	85	80	100
Рис	80	40	25	10	60	40	60	50	95
Пшеница	100	80	30	20	60	40	80	60	100
Ипомея	100	100	90	100	100	100	100	85	100
Дикая горчица	80	80	80	80	100	95	100	90	100
Канатник Теофраста	100	100	90	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	60	85	20	40	30	70	30	30	100
Щетинник зеленый	90	90	40	80	70	95	60	95	100
Гумай	95	95	40	60	100	60	80	60	100

Продолжение таблицы 4

Номер соединения Расход, кг/га Виды	30 0.25	31 0.5	33 0.25	34 0.25	36 0.25	37 0.25	39 0.5	40 0.5	41 0.5
Хлопчатник	100	100	100	100	100	100	70	90	100
Соя	85	80	80	60	40	70	40	40	95
Полевая кукуруза	80	70	50	30	60	70	70	50	70

Рис	70	60	15	20	10	40	40	15	70
Пшеница	100	100	20	50	20	20	30	40	70
Ипомея	100	100	100	100	100	100	70	90	100
Дикая горчица	100	100	100	100	100	100	100	80	100
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	95	100
Просо петушье	50	95	30	60	90	50	70	80	95
Щетинник зеленый	100	95	15	70	100	5	80	40	100
Гумай	95	95	20	50	30	30	85	ND	80

Продолжение таблицы 4

Номер соединения Расход, кг/га Виды	42 0.5	43 0.5	48 0.25	49 0.25	50 0.25	51 0.25	52 0.25	53 0.25	54 0.25
Хлопчатник	100	100	100	100	100	100	95	100	95
Соя	40	100	80	70	80	95	50	50	70
Полевая кукуруза	70	100	80	30	80	40	60	40	50
Рис	15	60	40	20	40	15	15	30	30
Пшеница	15	95	40	15	20	15	10	15	30
Ипомея	100	100	100	95	100	70	50	50	70
Дикая горчица	90	100	90	70	80	70	95	80	100
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	5	95	95	50	70	15	15	10	15
Щетинник зеленый	10	100	100	85	100	60	100	50	95
Гумай	60	70	90	80	85	20	5	10	50

Продолжение таблицы 4

Номер соединения Расход, кг/га Виды	57 0.25	58 0.25	59 0.25	60 0.25	62 0.0313	63 0.0313	64 0.0313	65 0.125	66 0.0625
Хлопчатник	90	90	100	90	90	95	80	95	90
Соя	90	90	90	95	70	50	50	90	40
Полевая кукуруза	90	50	100	50	70	60	90	40	70
Рис	80	40	95	60	5	10	10	30	30
Пшеница	95	60	95	40	10	10	10	40	20
Ипомея	100	90	100	90	100	100	100	100	100
Дикая горчица	95	100	100	100	80	70	85	60	70
Канатник Теофраста	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Просо петушье	95	60	100	20	50	40	60	70	30
Щетинник зеленый	100	90	100	40	20	0	15	20	15
Гумай	95	95	100	100	20	40	20	60	10

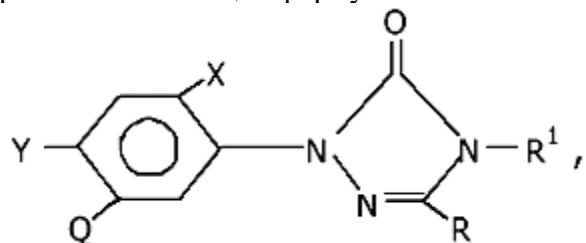
Продолжение таблицы 4

Номер соединения Расход, кг/га Виды	67 0.0625	68 0.0625	69 0.25	70 0.25	72 0.25	73 0.25	74 0.5
Хлопчатник	95	40	90	80	100	60	85
Соя	40	50	80	50	80	30	50
Полевая кукуруза	70	60	70	20	70	60	60

Рис	50	5	20	5	15	10	30
Пшеница	40	10	15	10	30	10	50
Ипомея	100	70	100	90	100	30	80
Дикая горчица	100	10	20	50	90	40	95
Канатник Теофраста	100	95	100	100	100	10	100
Просо петушье	70	15	30	30	10	30	90
Щетинник зеленый	70	15	50	30	70	70	80
Гумай	40	10	30	20	20	15	-

Формула изобретения

1. Производные триазолинона общей формулы



где R-C₁-C₄ - алкил, R¹-C₁-C₄ - галоалкил, X и Y - галоген; Q-CH(R²)C(R³)(R⁴)Q¹ или CH=C(R⁴)Q¹; R² - водород, галоген, R³ - галоген, R⁴ - водород или низший алкил, Q¹-CO₂H, CO₂R⁵, CON(R⁶)(R⁷), CN, CHO, COR⁵, где R⁵-C₁-C₄ - алкил, бензил, C₁-C₄-алкоксикарбонил-C₁-C₄ - алкил, каждый R⁶ и R⁷ независимо друг от друга водород или радикал C₁-C₄ - алкил, циклопропил, C₂-C₄ - алкенил, C₁-C₄ - алкокси, фенил, бензил или SO₂R⁶, где R⁶ - отличен от водорода, или является одним из указанных радикалов, замещенным атомом галогена, низшим алкилом, циано или соль присоединения основания этого соединения, в котором Q¹-CO₂H.

2. Производные триазолинона по п. 1, представляющие собой этил-2-хлор-3-[2-хлор-фтор-5-(4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил) фенил]-пропионат.

3. Гербицидная композиция, включающая производное триазолинона и целевые добавки, отличающаяся тем, что содержит в качестве производного триазолинона соединение формулы по п. 1 в количестве 10-90 мас. %, целевые добавки - остальное.

4. Способ подавления сорняков путем обработки их композицией, включающей производные триазолинона, отличающейся тем, что в качестве композиции используют композицию по п. 3 формулы изобретения в дозе 0.0625 - 0.5 кг/га.

Составитель описания

Никифорова М.Д.

Ответственный за выпуск

Ногай С.А.