



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

266 985

(21) PV 725-88.I
(22) Prihlášené 05 02 88

(40) Zverejnené 12 05 89
(45) Vydané 14 12 90

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 47/34

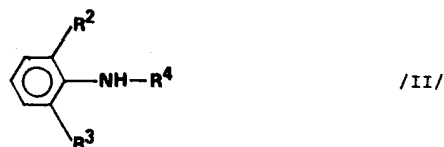
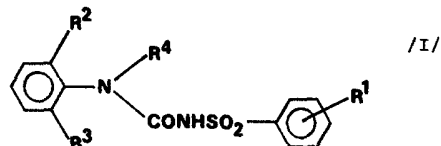
(75)
Autor vynálezu

KONEČNÝ VÁCLAV RNDr. CSc., BEŠKA EMANUEL ing. CSc.,
MAGDOLEN PETER RNDr., BRATISLAVA

(54)

Substituované N-/2,6-dialkylfenyl/-N'-arénsulfonylmočoviny a spôsob ich prípravy

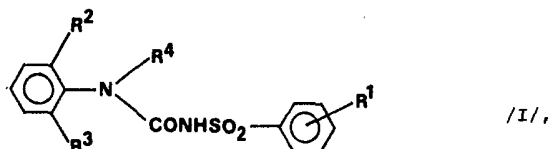
(57) Riešenie sa týka substituovaných N-/2,6-dialkylfenyl/-N'-arénsulfonylmočovín všeobecného vzorca I, ktoré majú herbicídny účinok. Uvedené zlúčeniny sa dajú pripraviť reakciou substituovaných N-2,6-dialkylanilínov všeobecného vzorca II s arénsulfonylizokyanátom všeobecného vzorca III v prostredí inertného organického rozpúšťadla zo skupiny zahrňujúcej benzén, toluén, xylén, acetonitril, chloroform, dichlórmetán, tetrahydrofurán pri teplote do 120 °C. Ve vzoroch R¹ je H, Cl, CH₃ alebo metoxy-karbonyl a R² a R³ znamenajú CH₃ alebo ethyl a R⁴ je metoxy-C₂₋₃alkyl.



Vynález sa týka spôsobu substituovaných N-/2,6-dialkylfenyl/-N⁻-arénsulfonylmočovín ako aj spôsobu ich prípravy. Uvedené zlúčeniny sa môžu použiť ako herbicídy.

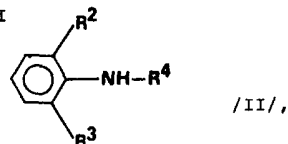
Sulfonylmočoviny sú v patentovej aj v odborenej literatúre široko opísané. Jedná sa napr. o deriváty sulfónamidov s heterocyklickými amínmi ako sú aminotriazíny a aminopyrimidíny (Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie, 4. vydanie, zväzok E 4, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1983, str. 400 až 402). Celý rad zlúčenín tejto skupiny má herbicídne resp. farmakologické vlastnosti. Menej sú známe zlúčeniny sulfónamidov so stericky tienenými anilínmi (Atanasova, I. A. a spol.: Synthesis (8), 734 až 6 (1987)).

Teraz sa zistili substituované N-/2,6-dialkylfenyl/-N⁻-arénsulfonylmočoviny všeobecného vzorca I



vo ktorom R¹ znamená vodík, chlór, metyl alebo metoxykarbonyl, R² a R³ znamenajú metyl alebo etyl a R⁴ znamená 1-metoxi-2-propyl alebo 1-(metoxykarbonyl)-etyl.

Taktiež bo zistený spôsob prípravy uvedených zlúčenín všeobecného vzorca I reakciou substituovaných N-2,6-dialkylanilínov všeobecného vzorca II



v ktorom R², R³ a R⁴ majú už uvedený význam s arénsulfonylizokyanátom všeobecného vzorca III



v ktorom R¹ má už uvedený význam, v prostredí inertného organického rozpúšťadla zo skupiny zahrňujúcej benzén, toluén, xylén, acetonitril, chloroform, diichlórmetán, tetrahydrofurán pri teplote do 120 °C. Reakcia sa môže s výhodou uskutočniť za refluxu rozpúšťadla alebo v tlakovej nádobe.

Reakciu je možné katalyzovať trietylamiénom, pyridínom a podobne. Reakčné produkty sú v reakčnom prostredí po ochladení zmesi nerozpustné, dajú sa oddeliť od rozpúšťadla alebo reakčných zložiek napríklad odsatím.

Zlúčeniny všeobecného vzorca II - medziprodukty - je možné pripraviť postupmi známymi z literatúry, ako je hydrogenačná alkylácia 2,6-dialkylanilínov ketónmi (BE 810 763, CS 219 856, US 4 200 451) alebo reakciou 2,6-dialkylanilínov s alkylbromidmi, alkylbenzén-sulfonátmi alebo alkyltosylátmi, (DE 2 318 340) prípadne alkyláciou 2,6-dialkylanilínov esterami kyseliny 2-halogénpropiónovej.

Východiskové zlúčeniny všeobecného vzorca III možno taktiež pripraviť známymi postupmi, napr. reakciou sulfónamidov s fosgénom (US 3 371 114, DOS 2 152 971, Ulrich, H. a spol.: Angew. Chem. 78, 761 (1966), Houben - Weyl: Methoden der organischen Chemie, 4. vydanie, zv. E 4, str. 803 až 810, Hagemann, Stuttgart, 1983).

Substituované N-/2,6-dialkylfenyl/-N⁻-arénsulfonylmočoviny podľa vynálezu je možné použiť na ničenie burín. Na tento účel sa môžu upraviť na roztoky, emulzie, suspenzie, prášky a pod. Tieto sa pripravujú známymi spôsobmi, napríklad zmiešaním účinnej látky s pomocnými

látkami ako sú kvapalné rozpúšťadla alebo tuhé nosné látky, prípadne za použitia povrchovo-aktívnych látok sú emulgátory alebo dispergátory.

Nasledujúce príklady ilustrujú ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Pr í k l a d 1

K 4,15 g (0,02 mólu) 2-metyl-6-etyl-N-(1'-metoxy-2'-propyl)anilínu v 30 ml cyklohexánu sa za miešania pridávalo postupne 3,9 g (0,02 mólu) p-toluénsulfonylizokyanátu v 20 ml cyklohexánu. Po 2 hodinách reakcie začala vypadávať tuhá látka, ktorá sa na druhý deň odsala a premyla cyklohexánom. Získalo sa 6,75 g (84 %) N-/2-metyl-6-etylfenyl/-N-1'-metoxy-2'-propyl/-N'-p-toluénsulfonylmočoviny s t. t. 114,6 °C.

Pre $C_{21}H_{28}N_2O_4S$ (404,53) vypočítané: C: 62,37; H: 6,98; N: 6,92;

S: 7,93 %, zistené: C: 62,7 %, H: 7,0; N: 6,5; S: 7,8 %.

Rovnakým postupom boli pripravené aj zlúčeniny uvedené v tabuľke 1.

T a b u ľ k a 1

Zlúčenina	T. t. °C	Výťažok %	Molová hmotnosť	Analýza zistené/vypočítané			
				% C	% H	% N	% S
N-(2-metyl-6-etylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-benzénsulfonylmočovina	133,8	45	404,50	59,0 59,38	5,9 5,98	6,9 6,93	8,3 7,92
N-(2-metyl-6-etylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-o-toluénsulfonylmočovina	160,6	55	418,52	59,8 60,26	6,3 6,20	6,7 6,69	8,0 7,66
N-(2,6-dietylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-o-toluénsulfonylmočovina	147,1	48	432,55	61,4 61,08	6,6 6,52	6,4 6,48	7,3 7,41
N-(2-metyl-6-etylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-p-toluénsulfonylmočovina	138,3	40	418,52	60,2 60,26	6,1 6,26	6,6 6,69	7,9 7,66
N-(2,6-dietylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-p-toluénsulfonylmočovina	138,2	47	432,55	61,5 61,08	6,4 6,26	6,4 6,48	7,7 7,41
N-(2-metyl-6-etylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-p-chlorbenzénsulfonylmočovina	184,3	83,5	438,94	54,0 54,72	5,2 5,28	6,3 6,38	7,6 7,31
N-(2,6-dietylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-o-chlorbenzénsulfonylmočovina	152,0	46	452,97	55,5 55,68	5,6 5,56	6,0 6,18	7,3 7,08
N-(2-metyl-6-etylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-o-metoxycarbonylbenzénsulfonylmočovina	147,6	38	462,54	57,5 57,12	5,6 5,7	6,4 6,06	7,2 6,93
N-(2,6-dimetylfenyl)-N-[1-(metoxykarbonyl-etyl)]-N'-benzénsulfonylmočovina	166,8	61	390,77	58,44 58,58	5,68 5,71	7,17 7,06	8,21 8,91
N-2,6-dimetylfenyl-N-[1-(metoxykarbonyl)]-etyl/N'-o-chlorbenzénsulfonylmočovina	202,5	80	424,91	53,71 54,33	4,98 5,11	6,59 6,59	7,55 8,22
N-2,6-dimetylfenyl-N-[1-(metoxykarbonyl)]-etyl/N-p-toluénsulfonylmočovina	151,8	67	404,49	59,39 59,22	5,98 6,05	6,93 6,87	7,93 7,50
N-/2-metyl-6-etylfenyl/-N/1'-metoxy-2'-propyl/-N'-benzén-sulfonylmočovina	106,2	66	390,81	6,8 61,50	6,8 6,71	6,7 7,17	8,0 8,21

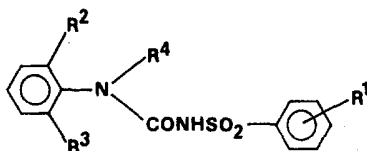
P r í k l a d 2

Do nádobiek z polyvinylchloridu (16,5x21x3 cm) naplnených štandardnou hlinítopiesčitou pôdou sa ako testovacie objekty vysiali do riadkov:

- A - hluchý ovos (*Avena fatua*),
 F - pohánka (*Fagopyrum vulgare*),
 S - horčica (*Sinapis alba*),
 P - proso (*Panicum milliaceum*),
 L - režuca (*Lepidium sativum*).

Po urovnání povrchu pôdy sa urobila ľahká zálievka vodou a povrch pôdy sa ihneď pôstrieikal prípravkami obsahujúcimi ako účinné látky zlúčeniny všeobecného vzorca I v koncentrácii 0,5 %. Prípravky sa použili v objeme 2 ml na nádobku, čo odpovedá dávke 2,5 kg.ha⁻¹. Ako štandard sa použil herbicíd metolachlor. Stupeň poškodenia testovacích rastlín sa zistil na 21. deň po ošetroení a vyjadril sa bonitačnou stupnicou 0 až 5, v ktorej stupeň 0 znamená rastliny normálne rozvinuté, stupeň 5 znamená rastliny odumreté. Výsledky sú zhrnuté v tabuľke 2.

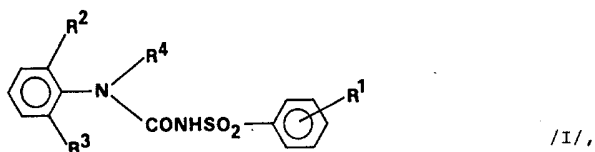
T a b u ľ k a 2



/I/

Substituent				Testovací objekt				
R ¹	R ²	R ³	R ⁴	A	F	S	P	L
H	metyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	2	3	2	3	3,5
2-metyl	metyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- -1-etyl	2	3	2	4	2
2-metyl	etyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	2	2	1	3,5	2
4-metyl	metyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	2	3	1	3,5	0
4-metyl	etyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- etyl	2	3	0	3,5	2
4-chlór	metyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	1	1	0	3,5	3,5
2-chlór	etyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	3	3	2	4	4
2-metoxý- karbonyl	metyl	etyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	2,5	3	2	3	2
H	metyl	metyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	1	2	0	2	2
2-chlór	metyl	metyl	1-(metoxykarbonyl)- -etyl	3,5	3,5	1	2	3,5
4-metyl	metyl	metyl	1-(metoxykarbonyl)- etyl	2	2	0	3,5	2
H	metyl	etyl	1-metoxý-2-propyl	3	2	2	4	1
štandard	metolachlor			3	3	4	2,5	3,5

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Substituované N-2,6-dialkylfenyl/-N⁻-arénsulfonylmočoviny všeobecného vzorca I

v ktorom R¹ znamená vodík, chlór, metyl alebo metoxykarbonyl, R² a R³ znamenajú metyl alebo etyl a R⁴ znamená 1-metoxy-2-propyl alebo 1-(metoxykarbonyl)-etyl.

2. Spôsob prípravy zlúčenín podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že na substituovaný N-2,6-dialkylanilín všeobecného vzorca II



v ktorom R², R³ a R⁴ majú už uvedený význam,
sa pôsobí arénsulfonylizokyanátom všeobecného vzorca III



v ktorom R¹ má už uvedený význam,
v prostredí inertného organického rozpúšťadla zo skupiny zahrňujúcej benzén, toluén, xylén, acetonitril, chloroform, dichlórmetán, tetrahydrofurán pri teplote do 120 °C.