



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

266 987

(21) PV 727-88.M
(22) Prihlásené 05 02 88

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

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 47/30

(75)

Autor vynálezu

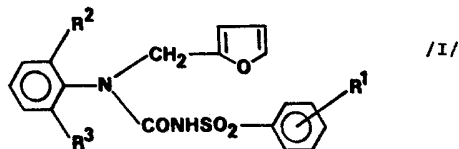
BEŠKA EMANUEL ing. CSc., KONEČNÝ VÁCLAV RNDr. CSc.,
BACHRATÁ MAGDALENA PhMr., MAGDOLEN PETER RNDr., BRATISLAVA

(54)

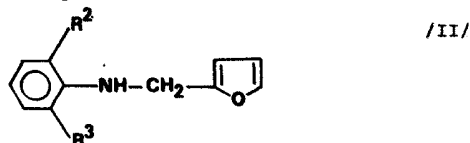
N-/2,6-dialkylfenyl/-N-furfuryl-N'-/arénsulfonyl/močoviny a spôsob ich prípravy

(57) Riešenie sa týka N-/2,6-dialkylfenyl/-N-furfuryl-N'-/arénsulfonyl/ močovín všeobecného vzorca I, ako aj spôsobu ich prípravy z 2,6-dialkyl-N-furfurylanilínu všeobecného vzorca II, na ktoré sa pôsobí arénsulfonylizokyanátmi všeobecného vzorca III v prostredí inertného organického rozpúšťadla ako je benzén, toluén, xylén, acetonitril, chloroform, dichlórmetán, tetrahydrofurán, pri teplote do 120 °C. Riešenie je možné využiť v chemickom priemysle.

Všeobecný vzorec I



všeobecný vzorec II



všeobecný vzorec III



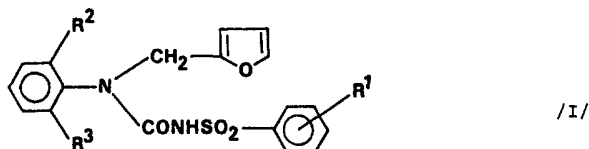
R¹ = vodík, metyl, chlór alebo metoxykarbo-
nyl

R², R³ = metyl alebo etyl

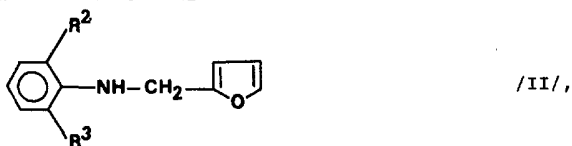
Vynález sa týká N-/2,6-dialkylfenyl/-N-furfuryl/-N⁻/arénsulfonyl/ močovín ako aj spôsobu ich prípravy. Uvedené zlúčeniny možno použiť ako herbicídy.

Sulfonylmočoviny odvodené od usľónamidov a heterocyklických amínov sú v odbornej i v patentovej literatúre bohato opísané (Petersen, U., HOUBEN - WEYL, V.: Methoden der organischen Chemie, 4. vydanie E 4, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1983, str. 400 až 402). Rad zlúčenín tejto skupiny vykazuje herbicídne, prípadne farmakologické vlastnosti.

Teraz sa zistili N-/2,6-dialkylfenyl/-N-furfuryl/-N⁻/arénsulfonyl/ močoviny všeobecného vzorca I



v ktorom R¹ znamená vodík, metyl, chlór alebo metoxykarbonyl, R² a R³ znamenajú metyl alebo etyl. Taktiež sa zistil spôsob prípravy uvedených zlúčenín všeobecného vzorca I reakciou 2,6-dialkyl-N-furfurylanilínu všeobecného vzorca II



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



v ktorom R¹ má už uvedený význam, v prostredí inertného organického rozpúšťadla ako je benzén, toluén, xylén, dichlórmetán, acetonitril, tetrahydrofuran pri teplote do 120 °C. Zistilo sa tiež, že je výhodné uskutočniť reakciu za refluxu rozpúšťadla alebo v tlakovej nádobe. Reakciu je možné katalyzovať terciárnymi bázami ako je trietylamín, pyridín ap.

Reakčné produkty sú po ochladení zmesi v reakčnom prostredí nerozpustné, dajú sa od rozpúšťadla alebo reakčných zložiek oddeliť napr. odsátím.

Medziprodukty všeobecného vzorca II na prípravu zlúčenín podľa vynálezu je možné pripraviť postupmi známymi z literatúry ako napríklad hydrogenáciou príslušného azometínu, hydrogenačnou alkyláciou 2,6-dialkylanilínov s furfuralom alebo alkyláciou 2,6-dialkylanilínov s furfurylchloridom.

Východiskové zlúčeniny všeobecného vzorca III možno taktiež pripraviť postupmi známymi z literatúry, napríklad reakciou sulfónamidov s fosgénom (US 3 317 114, DE 2 152 971, H. Ulrich a sol.: Angew. Chem. 78, 761 (1966), alebo reakciou arénsulfonamidov s chlórulfonylizokyanátom (DE 1 289 526).

N-/2,6-dialkylfenyl/-N-furfuryl/-N⁻/arénsulfonyl/ močoviny 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 rozpúšťadlá alebo tuhé nosné látky, prípadne za použitia povrchovo-aktívnych látok ako sú emulgátory alebo dispergátory.

Nasledujúce príklady ilustrujú ale neobmedzujú predmet vynálezu.

P r í k l a d 1

K zmesi 6,5 g (0,03 mólu) 2-metyl-6-etyl-N-furfurylanilínu a 20 ml bezvodého benzénu sa za miešania pridávalo postupne 5,5 g (0,03 mólu) benzénsulfonylizokyanátu v 10 ml benzénu, nastala mierne exotermická reakcia. Na doreagovanie sa zmes miešala ešte 2 h. Tuhá látka sa odsála a premyla benzénom. Získalo sa 10,45 g (87 %) N-/2-metyl-6-etylfenyl-N-furfuryl-N'-benzénsulfonylmočoviny s t. t. 176,3 °C.

Analýza pre $C_{21}H_{22}N_2O_4S$ (m. h. 398,48)
 vypočítané: % C 63,29; % H 5,56; % N 7,03; % S 8,04
 zistené: % C 63,1; % H 5,6; % N 6,7; % S 7,9

Rovnaký postupom, pri rôznych teplotách, boli pripravené aj zldčeniny uvedené v tabuľke 1.

T a b u l k a 1

Zlúčenina	T. t. °C	Výťažok %	Mólová hmotnosť	Analýza zistené/vypočítané			
				% C	% H	% N	% S
N-/2-metyl-6-etylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-metoxycarbonylbenzén-sulfonylmočovina	83,7	47	456,53	59,9 60,46	5,2 5,30	6,1 6,14	7,2 6,99
N-/2-metyl-6-etyl-fenyl/-N-furfuryl-N'-p-toluénsulfonylmočovina	162,2	70	412,49	63,9 64,06	5,9 5,86	6,4 6,79	7,5 7,77
N-/2-metyl-6-etylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-chlórbenzén-sulfonylmočovina	162,3	80	412,49	64,4 64,06	5,9 5,86	6,4 6,79	7,5 7,77
N-/2-metyl-6-etylfenyl/-N-furfuryl-N'-ochlórbenzén-sulfonylmočovina	182,1	85	432,93	58,4 58,26	4,9 4,89	6,1 6,47	7,2 7,41
N-/2,6-dimetylfenyl/-N-furfuryl-N'-benzénsulfonylmočovina	204,8	86	384,46	63,1 62,47	5,2 5,24	7,3 7,28	8,6 8,34
N-/2,6-dietylfenyl/-N-furfuryl-N'-benzénsulfonylmočovina	148,5	80	412,44	64,4 64,06	5,8 5,86	6,8 6,79	7,5 7,77
N-/2,6-dimetylfenyl/-N-furfuryl-N'-p-toluénsulfonylmočovina	172,1	87	398,48	64,3 63,29	5,6 5,56	7,2 7,03	8,4 8,05
N-/2,6-dietylfenyl/-N-furfuryl-N'-p-toluénsulfonylmočovina	159,5	67,5	426,46	65,0 64,77	6,2 6,14	6,6 6,57	7,3 7,52
N-/2,6-dimetylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-toluénsulfonylmočovina	194,1	87	398,48	63,5 63,29	5,6 5,56	7,0 7,03	8,3 8,05
N-/2,6-dimetylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-toluénsulfonylmočovina	194,5	78	426,46	63,4 64,77	5,6 6,14	7,0 6,57	8,3 7,52
N-/2,6-dimetylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-chlórbenzénsulfonylmočovina	213,2	95	418,90	57,7 57,34	4,6 4,57	6,7 6,69	7,8 7,65
N-/2,6-dietylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-chlórbenzénsulfonylmočovina	170,3	65	446,88	59,2 59,12	5,2 5,19	6,3 6,27	7,0 7,17
N-/2,6-dimetylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-metoxycarbonylbenzén-sulfonylmočovina	170,7	70	442,50	59,2 59,71	4,9 5,0	6,2 6,33	7,5 7,25
N-/2,6-dietylfenyl/-N-furfuryl-N'-o-metoxycarbonylbenzén-sulfonylmočovina	112,8	51	470,55	61,1 56,51	5,5 5,57	5,9 5,95	7,2 6,81

P r í k l a d 2

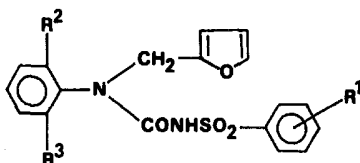
Do nádobiek z polyvinylchloridu (16,5x21x3 cm) naplnených štandardnou hlinitopiesčitou

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 - režuha (*Lepidium sativum*).

Po urovnání povrchu pôdy sa urobila ľahká zálievka vodou a povrch pôdy sa ihneď postriekal 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 l k a 2

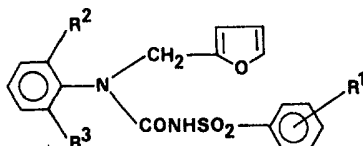


/I/

Substituent			Testovací objekt				
R ¹	R ²	R ³	A	F	S	P	L
2-karbometoxy	metyl	etyl	3,5	2	1	3	3
4-metyl	metyl	etyl	3	2	0	4	2
2-metyl	metyl	etyl	3	1	1	3,5	2
2-chlór	metyl	etyl	3,5	2	1	4	3,5
H	metyl	etyl	3	1	0	2	2
H	etyl	etyl	3	1	0	2	2
4-metyl	metyl	metyl	2	2	0	4	2
4-metyl	etyl	etyl	2	2	0	4	1
2-metyl	metyl	metyl	3	3	1	3,5	2
2-metyl	etyl	etyl	3	2	1	3	2
2-chlór	metyl	metyl	4	2	2	4	4
2-chlór	etyl	etyl	4	2,5	2	4	4,5
2-karbometoxy	metyl	metyl	3	2	1	3	3
2-karbometoxy	etyl	etyl	3	1	2	2	3
štandard	metolachlor		3	3	4	2,5	3,5

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

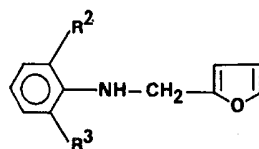
1. N-/2,6-dialkylfenyl/-N-furfuryl-N⁻/arénsulfonyl/ močoviny všeobecného vzorca I



/I/,

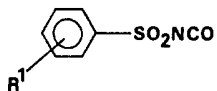
v krotom R¹ znamená vodík, metyl, chlór alebo metoxykarbonyl, R² a R³ znamenajú metyl alebo etyl.

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



/II/,

v ktorom R^2 a R^3 majú už uvedený význam, sa pôsobí arénsulfonylizokyanátmi všeobecného vzorca III



/III/,

v ktorom R^1 má už uvedený význam,

v prostredí inertného organického rozpúšťadla ako je benzén, toluén, xylén, acetonitril, chloroform, dichlórmetán, tetrahydrofurán pri teplote do 120 °C.