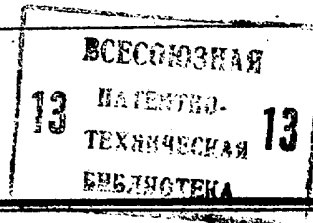




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

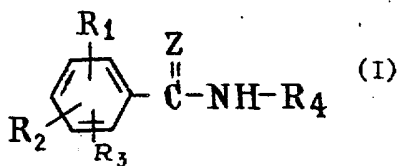
4(51) С 07 С 103/75, С 07 С 261/14;  
С 07 D 271/06, С 07 D 271/10,  
С 07 D 275/10// А 01 N 43/80,  
А 01 N 43/82

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ



- (21) 3381405/23-04  
(62) 3336204/05  
(22) 20.01.82  
(23) 15.09.81  
(31) 187675  
(32) 16.09.80  
(33) США  
(46) 07.06.85. Бюл. № 21  
(72) Кеннет Уэйн Бьюроу,  
мл. (США)  
(71) Эли Лилли энд Компани (США)  
(53) 547.582.4.07(088.8)  
(56) 1. Патент США № 4208205,  
кл. С 07 С 103/76, опублик. 17.06.80.  
2. Raucher Stanley, Klein Peter  
A convenient method for the selective  
reduction of amides to amines.-  
"Tetrahedron Letts"., 1980, v. 21,  
p. 4061-4064.  
3. Патент Франции № 2365957,  
кл. А 01 N 9/20, опублик. 1978.

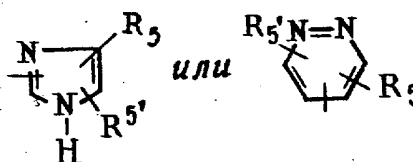
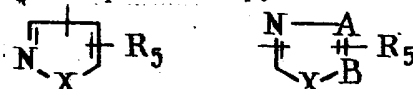
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ  
N-АРИЛБЕНЗАМИДА ИЛИ ИХ СОЛЕЙ.  
(57) Способ получения производных  
N-арилбензамида общей формулы



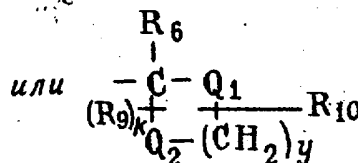
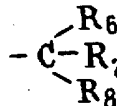
- где Z - атом кислорода или серы;  
R<sub>1</sub> - атом водорода или галогена, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил или С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкокси;  
R<sub>2</sub> - атом водорода или галогена, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкокси, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилтио или трифторметил;  
R<sub>3</sub> - атом водорода или галогена, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-

алкокси или С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилтио, при условии, если один из R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> или R<sub>3</sub> - алкил, один или оба других заместителя фенильного кольца отличны от атома водорода;

R<sub>4</sub> - арильная группа

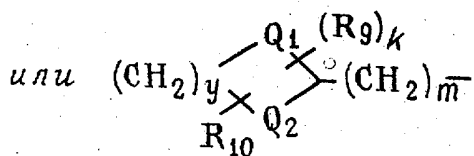
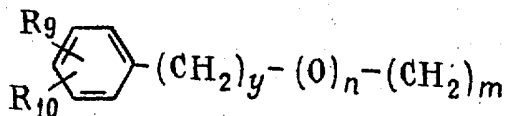


- где А - >СН-группа или атом азота;  
В - атом азота или >СН-группа при условии, что один из А и В является группой >СН-, а другой - атомом азота;  
Х - группа -NH- или атом кислорода или серы при условии, что Х отличается от группы -NH-, если А - атом азота, а В - >СН-группа;  
R<sub>5</sub>' - атом водорода или С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил;  
R<sub>5</sub> - атом водорода или группа



где  $Y$  - целое число 0-4;

$K = 1$  или  $2$ ,  $R_6$ ,  $R_7$  и  $R_8$  - независимо один от другого - атом водорода,  $C_1$ - $C_{10}$ -алкил, хлор- $C_1$ - $C_4$ -алкил,  $C_2$ - $C_4$ -алкенил,  $C_1$ - $C_4$ -алкокси- $C_1$ - $C_6$ -алкил,  $C_1$ - $C_4$ -алкилтио- $C_1$ - $C_6$ -алкил,  $C_1$ - $C_6$ -алкокси- $C_1$ - $C_4$ -алкилтио, или группа



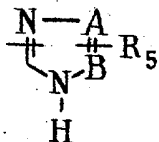
где  $K$  и  $Y$  имеют указанные значения;

$m$  - целое число от 0 до 2;

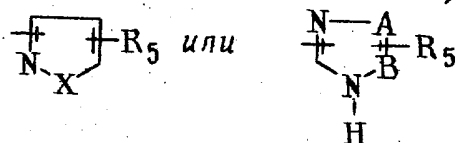
$n = 0$  или  $1$ ;

$R_9$  и  $R_{10}$  один независимо от другого атом водорода или хлора,  $C_1$ - $C_4$ -алкил или  $C_2$ - $C_4$ -алкенил;

$Q_1$  и  $Q_2$  один независимо от другого - группа  $-\text{CH}_2-$  или атом серы при условии, если  $Q_1$  и  $Q_2$  оба - атом серы,  $y$  не равен 0, при условии, если  $R_5$  - атом водорода только в том случае, если  $R_4$  представляет собой группу

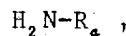


где  $A$  и  $B$  имеют указанные значения, и при условии, что  $R_2$  и  $R_3$  отличны от атома водорода, когда  $R_4$  - группа

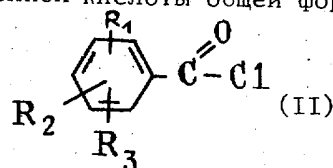


где  $A$ ,  $B$ ,  $R_5$  и  $X$  имеют указанные значения,

или их солей, отличающийся тем, что амин общей формулы



где  $R_4$  имеет указанные значения, подвергают взаимодействию с производным бензойной кислоты общей формулы

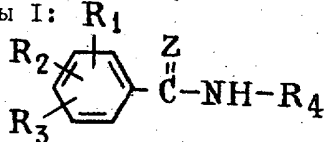


где  $R_1$ ,  $R_2$  и  $R_3$  имеют указанные значения,

и полученный бензамид формулы I, где  $Z$  - атом кислорода, при необходимости, подвергают взаимодействию с пентасульфидом фосфора или с димером  $p$ -метоксифенилтиофосфинсульфида в апротонном органическом растворителе при  $50$ - $150^\circ\text{C}$  для получения соединения формулы I, где  $Z$  - атом серы, и выделяют целевой продукт в свободном виде или в виде соли.

1

Изобретение относится к способам получения новых химических соединений, конкретнее к способу получения новых производных  $N$ -аридбензамида общей формулы I:



где  $Z$  - атом кислорода или серы;

$R_1$  - атом водорода или галогена,  $C_1$ - $C_4$ -алкил или  $C_1$ - $C_4$ -алкокси;

2

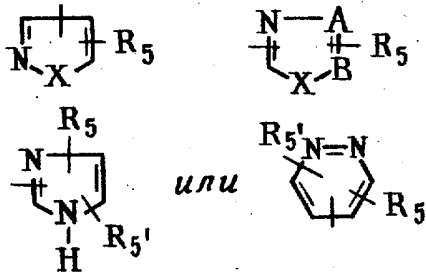
$R_2$  - атом водорода или галогена,  $C_1$ - $C_4$ -алкил,  $C_1$ - $C_4$ -алкокси,  $C_1$ - $C_4$ -алкилтио или трифторметил;

$R_3$  - атом водорода или галогена,  $C_1$ - $C_4$ -алкил,  $C_1$ - $C_4$ -алкокси или  $C_1$ - $C_4$ -алкилтио, при условии, что когда один из  $R_1$ ,  $R_2$  или  $R_3$  -алкил, один или оба других заместителя фенильного кольца отличны от атома водорода;

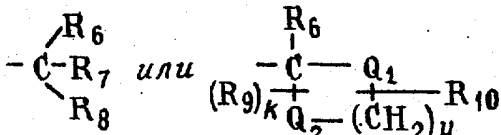
$R_4$  - арильная группа

5

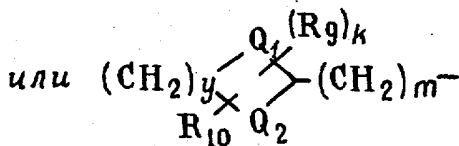
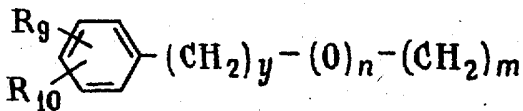
10



где А - >СН-группа или атом азота;  
 В - атом азота или >СН-группа при условии, что один из А и В является группой >СН-а другой - атомом азота;  
 Х - группа -NH- или атом кислорода или серы, при условии, что Х отличается от группы -NH-, если А - атом азота, а В - >СН-группа;  
 R<sub>5</sub>' - атом водорода или С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил;  
 R<sub>5</sub> - атом водорода или группа

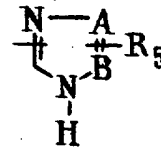


где у - целое число от 0 до 4;  
 k = 1 или 2;  
 R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub> и R<sub>8</sub> - независимо друг от друга - атом водорода, С<sub>1</sub>-С<sub>10</sub>-алкил, хлор-С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил, С<sub>2</sub>-С<sub>4</sub>-алкенил, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкокси-С<sub>1</sub>-С<sub>6</sub>-алкил, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилтио-С<sub>1</sub>-С<sub>6</sub>-алкил, С<sub>1</sub>-С<sub>6</sub>-алкокси-С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилтио, или группа

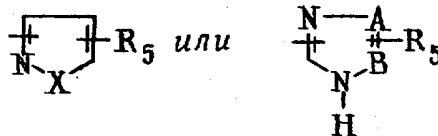


где у и k имеют указанные значения;  
 m - целое число от 0 до 2;  
 n = 0 или 1;  
 R<sub>9</sub> и R<sub>10</sub> - независимо друг от друга - атом водорода или хлора, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил или С<sub>2</sub>-С<sub>4</sub>-алкенил;  
 Q<sub>1</sub> и Q<sub>2</sub> - независимо друг от друга - группа -СН<sub>2</sub>- или атом серы при условии, что если Q<sub>1</sub> и Q<sub>2</sub> оба - атом

серы, у не равен 0, и при условии, если R<sub>5</sub>-атом водорода только в том случае, если R<sub>4</sub> представляет собой группу

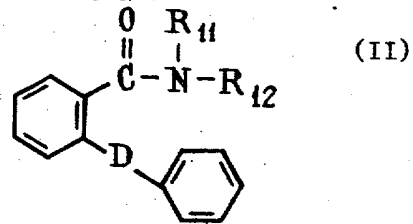


где А и В имеют указанные значения, и при условии, что R<sub>2</sub> и R<sub>3</sub> отличны от атома водорода, когда R<sub>4</sub>- группа

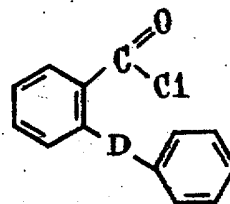


где А, В, R<sub>5</sub> и Х имеют указанные значения, или их солей, которые могут найти применение как высокоэффективные гербициды.

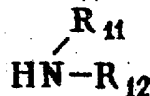
Известен способ получения производных бензамида формулы



где D - атом кислорода или серы;  
 R<sub>11</sub> - метил или этил;  
 R<sub>12</sub> - С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкил, метокси или цианометил;  
 или R<sub>11</sub> и R<sub>12</sub> вместе составляют (СН<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-группу, при условии, что если R<sub>12</sub> - С<sub>3</sub>-С<sub>4</sub>-алкил, метокси или цианометил, R<sub>11</sub> не может быть метилом, который заключается в том, что 2-замещенный бензоилхлорид формулы



где D имеет указанные значения, подвергают взаимодействию с амином формулы



где R<sub>11</sub> и R<sub>12</sub> имеют указанные значения, в органическом растворителе, таком как хлористый метилен, тетрагидро-

фуран, в присутствии акцептора кислоты, такого, как избыток амина, гидроокись щелочного металла, карбонат щелочного металла, триэтиламин или пиридин [1].

Известен также способ получения фенилтиоамида из соответствующего фениламида взаимодействием последнего с димером *p*-метоксифенилтиофосфинсульфида или пентасульфидом фосфора в апротонном органическом растворителе при 50 - 150°C [2].

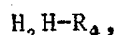
Известны 3-[4-(1,1-диметилэтил)фенокси]-*N,N*-диэтилбензамид и 3-[4-(1,1-диметилэтил)фенокси]-*N*-пропилбензамид, проявляющие свойства гербицидов [3].

Указанные производные *m*-феноксibenзамида являются близкими аналогами соединений формулы I по структуре и действию.

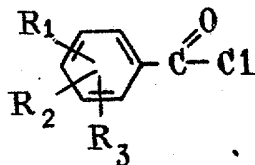
Однако производные *m*-феноксibenзамида обладают недостаточно высокой гербицидной активностью при предвсходовой и послевсходовой обработке семян в тепличных условиях.

Цель изобретения - получение новых производных *N*-арилбензамида, обладающих повышенной гербицидной активностью.

Эта цель достигается основанным на известной реакции [1] ацилирования амина бензоилхлоридом и, в случае необходимости - на известной реакции [2] взаимодействия амида с тианирующим агентом способом получения производных *N*-арилбензамида формулы I или их солей, который заключается в том, что амин формулы



где  $R_4$  имеет указанные значения, подвергают взаимодействию с производным бензойной кислоты формулы



где  $R_1$ ,  $R_2$  и  $R_3$  имеют указанные значения,

и полученный бензамид формулы I, где  $Z$  - атом кислорода, при необходимости, подвергают взаимодействию с пентасульфидом фосфора или с димером *p*-метоксифенилтиофосфинсульфида в апротонном органическом растворителе при 50-150°C для получения

соединения формулы I, где  $Z$  - атом серы с последующим выделением в свободном виде или в виде соли.

Реакция ацилирования может быть проведена путем смешивания производного бензойной кислоты с приблизительно эквимолярным количеством ариламина в растворителе, таком как тетрагидрофуран, диэтиловый эфир, дихлорметан, диоксан, диметилсульфоксид, диметилформамид, бензол, толуол и т.п. При необходимости основание может быть использовано в реакции ацилирования для выполнения функции акцептора кислоты. Обычно используемые основания содержат карбонат натрия, гидрид натрия, карбонат калия, гидроокись натрия, пиридин, триэтиламин и сходные основания. Ацилирование обычно заканчивается через 2-90 ч при проведении реакции при 20-200°C, предпочтительно при 30 - 120°C. Продукт реакции - *N*-арилбензамид - может быть выделен путем простого удаления реакционного растворителя, например, отгонкой при пониженном давлении. Продукт может быть далее очищен при необходимости любым из традиционных методов, включая кристаллизацию из растворителей, таких как этанол, метилацетат, диэтиловый эфир, толуол и т.п., хроматографированием на твердых носителях, таких как двуокись кремния или окись алюминия, и другими сходными методами.

Полученные согласно предлагаемому способу соединения формулы I: *N*-[3-(1-этил-1-метилпропил)-5-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид; *N*-[3-(1,1-диметилэтил)-5-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид; *N*-[3-(1-этилциклогексил)-5-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид; *N*-[6-(1,1-диметилэтил)-пиридазин-3-ил]-2,6-диметоксибензамид и *N*-[6-(1-этил-1-метилпропил)пиридазин-3-ил]-2,6-диметоксибензамид - обладают наиболее оптимальным комплексом гербицидных свойств.

Соли соединений формулы I могут быть получены по реакции производного бензамида формулы I с сильным основанием, таким как гидрид натрия, в эфирном растворителе, таком как тетрагидрофуран или диэтиловый эфир. Солеобразование может быть осуществлено при 0 - 50°C, обычно при комнатной температуре.

Пример 1. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Получение 5-амино-3-(1-этил-1-метилпропил)-изоксазола.

16,5 кг метил-2-этилбутирата вводят в реакцию с 60 кг n-бутиллития, диизопропиламино и 19,1 кг метилйодида с получением 17,4 кг метилового эфира 2-этил-2-метилбутировой кислоты; 7,5 кг полученного таким путем сложного эфира вводят в реакцию с 3,25 кг ацетонитрила и 5,03 г гидрида натрия в 33 л тетрагидрофурана с получением 1-этил-1-метилпропилцианометил-кетона. Полученный таким путем кетон вводят в реакцию с 4,35 кг гидроксиламина гидрохлорида и 2,54 кг гидроокиси натрия в 44 л воды с получением 5,65 кг 5-амино-3-(1-этил-1-метилпропил)изоксазола.

Получение 2,6-диметоксибензоилхлорида.

8,5 кг 2,6-диметоксибензойной кислоты растворяют в 60 л толуола, и раствор перемешивают при температуре окружающей среды при одновременном капельном добавлении 6,8 л тионилхлорида на протяжении 45 мин. После добавления реакцию смесь охлаждают до комнатной температуры, и растворитель отгоняют при пониженном давлении, промывают 25 л петролейного эфира, охлаждают и фильтруют с получением твердого неочищенного продукта. Продукт перемешивают в течение часа с 25 л свежего петролейного эфира, затем охлаждают до 10°C и фильтруют с получением 8,94 кг 2,6-диметоксибензоилхлорида.

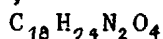
Синтез N-[3-(1-этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамида.

К перемешиваемому раствору 3,36 кг 5-амино-3-(1-этил-1-метилпропил)-изоксазола в 65 л толуола порциями на протяжении 30 мин добавляют 4,015 кг 2,6-диметоксибензоилхлорида. Реакционную смесь нагревают с обратным холодильником до кипения и перемешивают в течение 48 ч. Затем ее охлаждают до комнатной температуры и концентрируют до объема около 25 л отгонкой растворителя при пониженном давлении. Продукт выпадает в осадок и его собирают фильтрованием, промывают свежим толуолом, и сушат

на воздухе с получением 6,084 кг N-[3-(1-этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамида.

Т. пл. 172-174°C. Выход 91%.

5 Вычислено, %: С 65,04; Н 7,28; N 8,43



Найдено, %: С 64,79; Н 7,02; N 8,28.

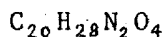
10 Пример 2. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-ди-n-пропоксибензамид.

Получение 2,6-ди-n-пропоксибензоилхлорида.

15 Метил-2,6-дигидроксибензоат вводят в реакцию с n-пропилийодидом в присутствии гидрида натрия с получением метил-2,6-ди-n-пропоксибензоата. Полученный таким путем сложный эфир омыляют по реакции с 40%-ной водной гидроокисью калия в этаноле, что дает 2,6-ди-n-пропоксибензойную кислоту; 20 г кислоты вводят в реакцию с 30 г тионилхлорида в 100 мл бензола при кипении с обратным холодильником в течение пяти часов. Удаление растворителя при пониженном давлении и очистка продукта дистилляцией дает 4,88 г 2,6-ди-n-пропоксибензоилхлорида. Т. кип. 135-140°C при давлении 0,2 тор.

К перемешиваемому раствору 2,8 г 5-амино-3-(1,1-диметилэтил)изоксазола в 40 мл тетрагидрофурана, содержащего 4,5 мл триэтиламина, каплями на протяжении 10 мин добавляют раствор 4,88 г 2,6-ди-n-пропоксибензоилхлорида в 10 мл тетрагидрофурана. После добавления реакцию смесь нагревают при температуре кипения с обратным холодильником в течение 72 ч. Затем реакцию смесь охлаждают до комнатной температуры, и растворитель удаляют отгонкой при пониженном давлении. Остаток растворяют в смеси дихлорметана и воды, отделяют органический слой, промывают свежей водой, осушают, и растворитель отгоняют с получением масла. Масло кристаллизуют из продукта "Скелл В" и диэтилового эфира с получением 750 мг N-[3-(1,1-диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-ди-n-пропоксибензамида. Т. пл. 85-87°C. Выход 10%.

55 Вычислено, %: С 66,64; Н 7,83; N 7,77.



Найдено, %: С 67,65; Н 7,78;  
N 7,32.

Пример 3. N-[5-(1-Этилциклогексил)-3-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Получение: 3-амино-5-(1-этилциклогексил)изоксазола.

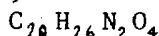
Ацетонитрил вводят в реакцию с 1-этил-1-метоксикарбонилциклогексаном в присутствии гидрида натрия с получением 1-этил-1-(2-цианоацетил)циклогексана; 55 г последнего соединения растворяют в 200 мл диэтилового эфира, содержащего 20,5 г абсолютного метанола, и раствор перемешивают и охлаждают до приблизительно 5°C. Затем в течение 45 мин через реакционную смесь пробулькивают газообразный хлористый водород, после чего реакционную смесь выдерживают при 0°C в течение 12 ч. Удаление реакционного растворителя отгонкой при пониженном давлении дает желтое твердое вещество, которое растворяют в 300 мл свежего абсолютного метанола и обрабатывают 97 г триэтиламина и 22 г гидроксилана гидрохлорида. Реакционную смесь нагревают при 50°C в течение трех часов, а затем охлаждают до комнатной температуры и разбавляют 25 мл концентрированной хлористоводородной кислоты. Кислотную реакционную смесь нагревают при 50°C в течение 12 ч, затем охлаждают до комнатной температуры и концентрируют до сухого остатка отгонкой растворителя при пониженном давлении. Полученный таким путем остаток растворяют в воде, и водную смесь подщелачивают добавлением 20%-ной гидроокиси натрия. Продукт экстрагируют в диэтиловый эфир, который затем промывают водой, осушают и растворитель отгоняют. Дистилляция продукта дает 14 г 3-амино-5-(1-этилциклогексил)изоксазола. Т. кип. 135-140°C при давлении 0,1-0,05 тор.

Раствор 14 г 3-амино-5-(1-этилциклогексил)изоксазола и 14,4 г 2,6-диметоксибензоилхлорида в 100 мл толуола нагревают до кипения с обратным холодильником и перемешивают 11 ч. Затем реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, и растворитель удаляют отгонкой при пониженном давлении с получением твердого

вещества. Твердое вещество растворяют в 200 мл дихлорметана, промывают разбавленной гидроокисью натрия и рассолом, осушают и растворитель отгоняют.

5 Продукт кристаллизуют из дихлорметана и диэтилового эфира с получением 15,5 г N-[5-(1-этилциклогексил)-3-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамида. Т.пл. 179-181°C. Выход 60%.

10 Вычислено, %: С 67,02; Н 7,31;  
N 7,82

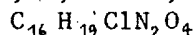


Найдено, %: С 66,81; Н 7,02;  
N 7,54.

15 Следующие характерные соединения получают по реакции аминоксазола с 2,6-диалкоксибензоилхлоридным производным согласно общим методикам примеров 1-3 с получением соответствующих N-изоксазолил-2,6-диалкоксибензамидов.

Пример 4. N-[3-(1,1-Диметил-2-хлорэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

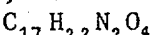
25 Т. пл. 172-173°C. Выход 33%  
Вычислено, %: С 56,72; Н 5,65;  
N 8,27; Cl 10,46



Найдено, %: С 56,49; Н 5,66;  
30 N 8,08; Cl 10,52.

Пример 5. N-[3-(2,2-Диметилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

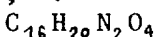
35 Т. пл. 152-154°C. Выход 24%  
Вычислено, %: С 64,13; Н 6,97;  
N 8,80.



Найдено, %: С 64,07; Н 6,76;  
40 N 8,62.

Пример 6. N-[3-(1,1-Диметил-этил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

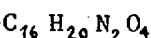
45 Т. пл. 172-173°C. Выход 66%.  
Вычислено, %: С 63,14; Н 6,62;  
N 9,20.



Найдено, %: С 62,90; Н 6,52;  
N 8,94.

Пример 7. N-[5-(1,1-Диметил-этил)-3-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

50 Т. пл. 182-183°C. Выход 27%.  
Вычислено, %: С 63,14; Н 6,62;  
N 9,20.



Найдено, %: С 63,14; Н 6,64;  
N 9,07.

Пример 8. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид

Т. пл. 126-128°C. Выход 3,5%.

Вычислено, %: С 65,24; Н 7,00;

N 8,45.

$C_{18}H_{24}N_2O_4$

Найдено, %: С 65,00; Н 6,80;

N 8,39.

Пример 9. N-[3-(1,1-Диметилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 140-142°C. Выход 50%.

Вычислено, %: С 64,13; Н 6,97;

N 8,80

$C_{17}H_{22}N_2O_4$

Найдено, %: С 63,86; Н 6,71;

N 9,05.

Пример 10. N-[3-(1,1-Диметилпентил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 132-133°C. Выход 31%.

Вычислено, %: С 65,88; Н 7,57;

N 8,09.

$C_{19}H_{26}N_2O_4$

Найдено, %: С 65,88; Н 7,42;

N 7,86.

Пример 11. N-[3-(2-Циклогексил-1,1-диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 146-148°C. Выход 21%.

Вычислено, %: С 68,37; Н 7,82;

N 7,25

$C_{22}H_{30}N_2O_4$

Найдено, %: С 68,12; Н 7,57;

N 6,99.

Пример 12. N-[3-(1-Циклогексил-1-метилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 158-160°C. Выход 91%.

Вычислено, %: С 67,72; Н 7,58;

N 7,52.

$C_{21}H_{28}N_2O_4$

Найдено, %: С 67,56; Н 7,37;

N 7,56.

Пример 13. N-[3-(1,1-Диметил-2-фенилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 108-110°C. Выход 9%.

Вычислено, %: С 69,46; Н 6,36;

N 7,36

$C_{22}H_{25}N_2O_4$

Найдено, %: С 69,28; Н 6,53;

N 7,12

Пример 14. N-[3-(1-Этил-1-метилбутил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 149-151°C. Выход 41%.

Вычислено, %: С 65,88; Н 7,57;

N 8,09

$C_{19}H_{26}N_2O_4$

Найдено, %: С 65,59; Н 7,35;

N 7,87.

Пример 15. N-[3-(1,1-Диэтилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 163-165°C. Выход 13%.

Пример 16. N-[3-(1,1-Диметил-3-бутенил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 160-162°C. Выход 22%.

Вычислено, %: С 65,44; Н 6,71;

N 8,48

$C_{18}H_{22}N_2O_4$

Найдено, %: С 65,23; Н 6,50;

N 8,39.

Пример 17. N-[3-(1-Метилциклогексил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 161-163°C. Выход 54%.

Вычислено, %: С 66,26; Н 7,02;

N 8,13

$C_{19}H_{24}N_2O_4$

Найдено, %: С 66,06; Н 6,80;

N 8,28.

Пример 18. N-[3-(1,1-Диметилтетрадецил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 57-59°C. Выход 9%.

Вычислено, %: С 71,15; Н 9,38;

N 5,93

$C_{28}H_{44}N_2O_4$

Найдено, %: С 71,34; Н 9,15;

N 5,81.

Пример 19. N-[3-(1-Этилциклогексил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 177-179°C. Выход 34%.

Вычислено, %: С 67,02; Н 7,31;

N 7,82

$C_{20}H_{26}N_2O_4$

Найдено, %: С 66,74; Н 7,07;

N 7,90.

Пример 20. N-[3-(1,1,3-Триметилбутил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 146-148°C. Выход 12%.

Вычислено, %: С 65,88; Н 7,57;

N 8,09.

$C_{19}H_{26}N_2O_4$

Найдено, %: С 65,70; Н 7,50;

N 7,87.

Пример 21. N-[3-(1-Метилциклопентил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

- Т.пл. 128–130°C. Выход 10%.  
Вычислено, %: С 65,44; Н 6,71;  
N 8,48.  
 $C_{18}H_{22}N_2O_4$   
Найдено, %: С 65,24; Н 6,59;  
N 8,22.  
Пример 22. N-[5-(1,1-Диметилбутил)-3-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 133–135°C. Выход 48%.  
Вычислено, %: С 65,04; Н 7,28;  
N 8,43  
 $C_{18}H_{24}N_2O_4$   
Найдено, %: С 65,25; Н 7,01;  
N 8,19.  
Пример 23. N-[3-(1,1,2,2-Тетраметилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 174–175°C.  
Вычислено, %: С 65,88; Н 7,57;  
N 8,09.  
 $C_{19}H_{24}N_2O_4$   
Найдено, %: С 65,97; Н 7,32;  
N 8,33.  
Пример 24. N-[3-(1-Этилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 157–159°C. Выход 53%.  
Вычислено, %: С 64,13; Н 6,97;  
N 8,80  
 $C_{17}H_{22}N_2O_4$   
Найдено, %: С 63,87; Н 6,77;  
N 8,56.  
Пример 25. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-3-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 165–166°C. Выход 49%.  
Вычислено, %: С 65,04; Н 7,28;  
N 8,43  
 $C_{18}H_{24}N_2O_4$   
Найдено, %: С 64,94; Н 7,01;  
N 8,21.  
Пример 26. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 123–125°C. Выход 11%.  
Вычислено, %: С 65,04; Н 7,28;  
N 8,43  
 $C_{18}H_{24}N_2O_4$   
Найдено, %: С 64,50; Н 7,04;  
N 7,89.  
Пример 27. N-[3-(2-Метокси-1,1-диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 201–203°C. Выход 19%.  
Вычислено, %: С 61,06; Н 6,63;  
N 8,38  
 $C_{17}H_{22}N_2O_5$

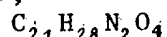
- Найдено, %: С 61,50; Н 6,36;  
N 8,51  
Пример 28. N-[3-(1,1-Диметилбутил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 141–143°C. Выход 9%.  
Вычислено, %: С 65,04; Н 7,28;  
N 8,43  
 $C_{18}H_{24}N_2O_4$   
Найдено, %: С 64,79; Н 7,04;  
N 8,26.  
Пример 29. N-[3-(1-Пропилциклогексил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 202–204°C. Выход 38%.  
Вычислено, %: С 67,72; Н 7,58;  
N 7,52.  
 $C_{21}H_{28}N_2O_4$   
Найдено, %: С 67,48; Н 7,58;  
N 7,56.  
Пример 30. N-[3-(1-Метил-1-(2,4-дихлорфенокси)этил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 154–156°C. Выход 25%.  
Вычислено, %: С 55,89; Н 4,47;  
N 6,21; Cl 15,71  
 $C_{21}H_{26}Cl_2N_2O_5$   
Найдено, %: С 56,09; Н 4,46;  
N 6,01; Cl 15,45.  
Пример 31. N-[3-(1-Метил-1-фенилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 185–187°C. Выход 30%.  
Вычислено, %: С 68,84; Н 6,05;  
N 7,65.  
 $C_{21}H_{22}N_2O_4$   
Найдено, %: С 69,04; Н 5,93;  
N 7,44.  
Пример 32. N-[3-(1-Метил-1-фенилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 183–185°C. Выход 29%.  
Вычислено, %: С 69,46; Н 6,36;  
N 7,36.  
 $C_{22}H_{24}N_2O_4$   
Найдено, %: С 69,26; Н 6,13;  
N 7,54.  
Пример 33. N-[3-(1-Метил-1-фенилметокси)этил]-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 123–125°C. Выход 13%.  
Вычислено, %: С 66,65; Н 6,10;  
N 7,07  
 $C_{22}H_{24}N_2O_5$   
Найдено, %: С 66,84; Н 5,88;  
N 6,86.

Пример 34. N-[3-(1-Этилциклогептил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 163-165°C. Выход 32%.

Вычислено, %: С 67,72; Н 7,58;

N 7,52



Найдено, %: С 67,64; Н 7,78;

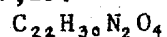
N 7,25.

Пример 35. N-[3-(1-Циклогексил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 173-175°C. Выход 22%

Вычислено, %: С 68,37; Н 7,82;

N 7,25.



Найдено, %: С 68,29; Н 7,53;

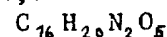
N 7,27.

Пример 36. N-[3-(1-Метокси-1-метилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 232-234°C. Выход 37%.

Вычислено, %: С 59,99; Н 6,29;

N 8,74



Найдено, %: С 59,87; Н 6,07;

N 8,73.

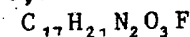
По методикам примеров 1-3 осуществляют взаимодействие аминоксозола с подходящим образом замещенным бензоилгалогенидом с получением следующих N-изоксазолилбензамидов.

Пример 37. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2-фтор-6-метоксибензамид.

Т.пл. 133-135°C. Выход 26%.

Вычислено, %: С 63,74; Н 6,61;

N 8,74



Найдено, %: С 63,97; Н 6,48;

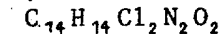
N 8,70.

Пример 38. N-[5-(1,1-Диметилэтил)-3-изоксазолил]-2,6-дихлорбензамид.

Т.пл. 249-250°C.

Вычислено, %: С 53,69; Н 4,51;

N 8,94



Найдено, %: С 53,89; Н 4,54;

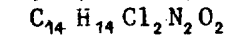
N 8,77.

Пример 39. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-дихлорбензамид.

Т.пл. 235-237°C. Выход 22%.

Вычислено, %: С 53,69; Н 4,51;

N 8,94; Cl 22,64



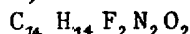
Найдено, %: С 53,74; Н 4,56; N 8,96; Cl 22,83.

Пример 40. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-дифторбензамид.

Т.пл. 153-154°C.

Вычислено, %: С 60,00; Н 5,04;

N 10,00



Найдено, %: С 59,91; Н 4,83;

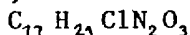
N 10,16.

Пример 41. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2-хлор-6-метоксибензамид.

Т.пл. 173-174°C. Выход 42%.

Вычислено, %: С 60,62; Н 6,28;

N 8,32



Найдено, %: С 60,74; Н 6,02;

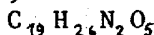
N 8,54.

Пример 42. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,4,6-триметоксибензамид.

Т.пл. 150-152°C. Выход 40%.

Вычислено, %: С 62,97; Н 7,23;

N 7,73



Найдено, %: С 63,01; Н 7,05;

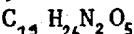
N 7,72.

Пример 43. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-3-изоксазолил]-2,4,6-триметоксибензамид.

Т.пл. 165-170°C. Выход 41%.

Вычислено, %: С 62,97; Н 7,23;

N 7,73



Найдено, %: С 62,94; Н 6,99;

N 7,94

Пример 44. N-[3-(1-Этил-1-метоксиметилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

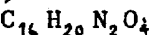
Пример 45. N-[3-(1,1-Диэтил-2-пропенил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Пример 46. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,5-диметоксибензамид.

Т.пл. 166-168°C. Выход 53%.

Вычислено, %: С 63,14; Н 6,62;

N 9,20



Найдено, %: С 63,38; Н 6,71;

N 9,01

Пример 47. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-3,5-диметилбензамид.

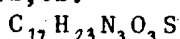
- Т.пл. 121-123°C. Выход 45%.  
 Вычислено, %: С 70,56; Н 7,40;  
 N 10,29  
 $C_{16}H_{20}N_2O_2$   
 Найдено, %: С 70,82; Н 7,25;  
 N 10,21.
- Пример 48. N-(3-Пропил-5-изоксазолил)-2,6-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 124-126°C. Выход 29%.  
 Вычислено, %: С 62,06; Н 6,25;  
 N 9,65  
 $C_{15}H_{18}N_2O_4$   
 Найдено, %: С 62,34; Н 6,46;  
 N 9,55.
- Пример 49. N-(3-Пропил-5-изоксазолил)-2,6-диметилбензамид.  
 Т.пл. 120-122°C.  
 Вычислено, %: С 69,74; Н 7,02;  
 N 10,84.  
 $C_{15}H_{18}N_2O_2$   
 Найдено, %: С 69,98; Н 6,82;  
 N 10,58.
- Пример 50. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-3,4-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 164-166°C. Выход 37%.  
 Вычислено, %: С 63,14; Н 6,62;  
 N 9,20  
 $C_{16}H_{20}N_2O_4$   
 Найдено, %: С 63,27; Н 6,41;  
 N 9,12.
- Пример 51. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-3,5-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 115-117°C. Выход 49%.  
 Вычислено, %: С 63,14; Н 6,62;  
 N 9,20;  
 $C_{16}H_{20}N_2O_4$   
 Найдено, %: С 63,40; Н 6,37;  
 N 9,30
- Пример 52. N-[3-(1-Метилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 143-144°C. Выход 52%.  
 Вычислено, %: С 62,49; Н 5,59;  
 N 9,72  
 $C_{15}H_{18}N_2O_4$   
 Найдено, %: С 62,20; Н 5,46;  
 N 9,51.
- Пример 53. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]2,4,6-триметилбензамид.  
 Т.пл. 177-179°C. Выход 22%.  
 Вычислено, %: С 71,30; Н 7,74;  
 N 9,78  
 $C_{17}H_{22}N_2O_2$   
 Найдено, %: С 71,34; Н 7,45;  
 N 9,78.

- Пример 54. N-[3-(1-Этил-1-(метоксиметил/-пропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 167-168°C. Выход 26%.  
 5
- Пример 55. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 150-152°C. Выход 34%.  
 10
- Пример 56. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 179-181°C. Выход 32%.  
 Вычислено, %: С 70,56; Н 7,40;  
 N 10,29.  
 $C_{16}H_{20}N_2O_2$   
 Найдено, %: С 70,35; Н 7,19;  
 N 10,02.
- Пример 57. N-[3-(2,2-Диметил-3-[2-метил-1-пропенил]-циклопропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 92-94°C. Выход 8%.  
 Вычислено, %: С 68,09; Н 7,07;  
 N 7,56  
 $C_{21}H_{24}N_2O_4$   
 Найдено, %: С 68,16; Н 6,83;  
 N 7,42.
- Пример 58. N-[3-(1-Этил-1-метоксипропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид.  
 Т.пл. 174-176°C. Выход 7%.  
 25
- Пример 59. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диэтилбензамид.  
 Т.пл. 173-175°C. Выход 7%.  
 Вычислено, %: С 71,97; Н 8,05;  
 N 9,33.  
 35
- Пример 60. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]2,4,6-триметоксибензамид.  
 Т.пл. 115-118°C. Выход 26%.  
 Вычислено, %: С 61,07; Н 6,63;  
 N 8,38  
 $C_{17}H_{22}N_2O_6$   
 Найдено, %: С 60,88; Н 6,76;  
 N 8,12.  
 40
- Пример 61. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.  
 45
- Получение 2-амино-5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазола.  
 Раствор, содержащий 13,0 г 2-этил-2-метилбутировой кислоты и 9,1 г тио-

семикарбазида в 125 мл диоксана, перемешивают и нагревают до 90°C. К перемешиваемой реакционной смеси на протяжении 30 мин каплями добавляют 15,3 г оксихлорида фосфора. После завершения добавления реакционную смесь нагревают при 90°C в течение 6 ч. Затем смесь охлаждают до 30°C и добавляют к 100 г льда. Водную смесь подщелачивают добавлением гидроокиси аммония, и щелочной раствор несколько раз экстрагируют этилацетатом. Экстракты комбинируют, промывают водой, осушают, и растворитель отгоняют при пониженном давлении с получением 17,0 г 2-амино-5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазола. Т.пл. 138-140°C.

К полученному перемешиваемому раствору 9,2 г тиадиазола в 100 мл тетрагидрофурана, содержащего 4,0 г пиридина, в виде одной порции добавляют 11,0 г 2,6-диметоксибензоилхлорида. Реакционную смесь нагревают до кипения с обратным холодильником в течение 3 ч, а затем охлаждают до 30°C и фильтруют. Растворитель удаляют из фильтрата отгонкой при пониженном давлении с получением твердого вещества, которое при кристаллизации из 2В этанола дает 6,3 г N-[5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамида. Т.пл. 208-210°C. Выход 36%.

Вычислено, %: С 58,43; Н 6,63; N 12,02.



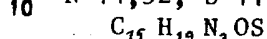
Найдено, %: С 58,34; Н 6,58; N 11,79.

Пример 62. N-[5-(1-Этил-1-метил(пропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил)]-бензамид.

К перемешиваемой суспензии 3,3 г 2-амино-5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазола в 30 мл тетрагидрофурана в виде одной порции добавляют 2,8 г бензоилхлорида. Реакционную смесь перемешивают при комнатной температуре при капельном добавлении на протяжении 30 мин 1,6 г пиридина в 20 мл тетрагидрофурана. После окончания добавления реакционную смесь нагревают до кипения с обратным холодильником в течение 3 ч. Затем смесь фильтруют для удаления пиридина гидрохлорида, и фильтрат несколько раз промывают 1н. раствором хлористоводородной кислоты. Отделяют органи-

ческий слой, и растворитель удаляют отгонкой при пониженном давлении с получением желтой камеди, которую кристаллизуют из этанола и воды, получая 1,85 г N-[5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил] бензамида. Т. пл. 98-100°C. Выход 35%.

Вычислено, %: С 62,25; Н 6,62; N 14,52; S 11,08



Найдено, %: С 62,01; Н 6,39; N 14,27; S 11,22.

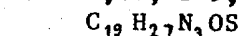
Пример 63. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диэтилбензамид.

Получение 2,6-диэтилбензоилхлорида.

2,6-Диэтилцианобензол получают преобразованием 2,6-диэтиланилина в соль диазония с последующим реактированием соли диазония с цианидом меди. Гидролиз 2,6-диэтилцианобензола проводят путем реактирования с гидроокисью натрия в этиленгликоле с получением 2,6-диэтиламинокарбонилбензола. Последнее соединение реагирует с фосфорной кислотой с получением 2-диэтилбензойной кислоты. Реакция бензойной кислоты с тионилхлоридом дает 2,6-диэтилбензоилхлорида в виде масла.

Раствор 1,85 г 2-амино-5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазола и 2,21 г 2,6-диэтилбензоилхлорида в 50 мл толуола нагревают при кипении с обратным холодильником в течение 16 ч, а затем охлаждают, и растворитель удаляют отгонкой при пониженном давлении с получением твердого остатка. Твердое вещество кристаллизуют из 2В этанола с получением 1,25 г N-[5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диэтилбензамида. Т. пл. 186-188°C. Выход 36%.

Вычислено, %: С 66,05; Н 7,88; N 12,16; S 9,28



Найдено, %: С 66,18; Н 7,82; N 11,87; S 9,16.

Пример 64. N-[5-(1,1-Диметил-2-(метилтио)этил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Получение 2-амино-5-[1,1-диметил-2-(метилтио)этил]-1,3,4-тиадиазола.

Диизопропиламид лития получают по реакции 51,0 г диизопропиламина с 227 мл н-бутиллития в 350 мл тет-

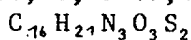
рагидрофурана при  $-5^{\circ}\text{C}$ . К перемешиваемой реакционной смеси каплями на протяжении 30 мин добавляют 22,0 г изобутиловой кислоты. После добавления реакционную смесь подогревают до  $25^{\circ}\text{C}$  и перемешивают в течение часа. Смесь затем вновь охлаждают до  $-5^{\circ}\text{C}$  и каплями добавляют 24,1 г хлорметилметилсульфида. Реакционной смеси дают возможность прогреться до  $25^{\circ}\text{C}$  и перемешивают при этой температуре в течение 12 ч. Затем излишний растворитель удаляют отгонкой при пониженном давлении и остаток добавляют к 50 г льда, содержащего 50 мл 1н. раствора хлористоводородной кислоты. Водную кислотную смесь несколько раз экстрагируют диэтиловым эфиром, и экстракты комбинируют, промывают водой, осушают и растворитель отгоняют с получением 22,0 г 2,2-диметилметилтиопропионовой кислоты в виде масла.

9,0 г таким путем полученной кислоты растворяют в 120 мл диоксана, содержащего 5,5 г тиосемикарбазида, и реакционную смесь нагревают при  $90^{\circ}\text{C}$  в течение 30 мин, после чего к реакционной смеси на протяжении 10 мин каплями добавляют 10,1 г оксихлорида фосфора. После окончания добавления смесь нагревают при  $90^{\circ}\text{C}$  в течение 12 ч. После охлаждения реакционной смеси до комнатной температуры растворитель декантируют, и твердый осадок растворяют в теплой воде. Водную смесь подщелачивают до pH 8 добавлением гидроокиси аммония, и после этого щелочной раствор экстрагируют этилацетатом. Экстракты комбинируют, промывают водой, осушают, и растворитель отгоняют при пониженном давлении с получением 4,2 г 2-амино-5[1,1-диметил-2-(метилтио)этил]-1,3,4-тиадиазола. Т.пл.  $117-120^{\circ}\text{C}$ .

3,0 г таким путем полученного тиадиазола вводят в реакцию с 3,4 г 2,6-диметоксибензоилхлорида в 30 мл тетрагидрофурана, содержащего 1,3 г пиридина. Реакцию проводят при  $106^{\circ}\text{C}$  в течение 16 ч. После охлаждения реакционной смеси до комнатной температуры растворитель отгоняют при пониженном давлении с получением продукта в виде масла. Масло очищают вначале хроматографированием на силикагеле с использованием диэтилового эфира в качестве элюента, а затем кристал-

лизацией из этилацетата с получением 1,94 г N-[5-(1,1-диметил-2-(метилтио)этил-1,3,4-тиадиазол-2-ил)]-2,6-диметоксибензамида. Т.пл.  $165-167^{\circ}\text{C}$ . Выход 35%.

Вычислено, %: C 52,29; H 5,76; N 11,43; S 17,45.



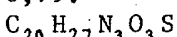
Найдено, %: C 52,38; H 5,47; N 11,20; S 17,40.

С использованием общих методик примеров 61-64 подходящим образом замещенный 2-амино-1,3,4-тиадиазол вводят в реакцию с производным бензоилгалогенида, получая следующие характерные N-(1,3,4-тиадиазол-2-ил)бензамиды.

Пример 65. N-[5-(1-Циклогексил-1-метилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл.  $241-243^{\circ}\text{C}$ . Выход 38%.

Вычислено, %: C 61,67; H 6,99; N 10,79.

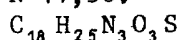


Найдено, %: C 61,68; H 6,76; N 10,77.

Пример 66. N-[5-(1,1-Диэтилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл.  $216-218^{\circ}\text{C}$ . Выход 31%.

Вычислено, %: C 59,48; H 6,93; N 11,56.

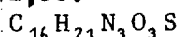


Найдено, %: C 59,65; H 6,73; N 11,37.

Пример 67. N-[5-(2,2-Диметилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл.  $188-190^{\circ}\text{C}$ . Выход 43%.

Вычислено, %: C 57,29; H 6,31; N 12,53.

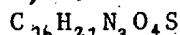


Найдено, %: C 57,27; H 6,10; N 12,31.

Пример 68. N-[5-(2-Метокси-1,1-диметилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл.  $172-174^{\circ}\text{C}$ . Выход 56%.

Вычислено, %: C 54,68; H 6,02; N 11,96.

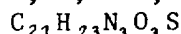


Найдено, %: C 54,56; H 5,95; N 11,72.

Пример 69. N-[5-(1,1-Диметил-2-фенилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл.  $167-169^{\circ}\text{C}$ . Выход 29%.

Вычислено, %: С 63,45; Н 5,83;  
N 10,57; S 8,07

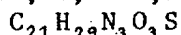


Найдено, %: С 63,71; Н 5,82;  
N 10,71; S 8,05.

Пример 70. N-[5-(2-Циклогексил-1,1-диметилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 191-193°C. Выход 77%.

Вычислено, %: С 62,50; Н 7,24;  
N 10,41; S 7,95

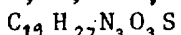


Найдено, %: С 62,63; Н 7,22;  
N 10,43; S 7,99.

Пример 71. N-[5-(1,1-Диметилгексил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 120-122°C. Выход 66%.

Вычислено, %: С 60,45; Н 7,21;  
N 11,13; S 8,49.

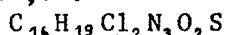


Найдено, %: С 60,64; Н 7,00;  
N 11,27; S 8,75.

Пример 72. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2-метокси-3,6-дихлорбензамид.

Т.пл. 194-196°C. Выход 6%.

Вычислено, %: С 49,49; Н 4,93;  
N 10,82.

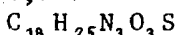


Найдено, %: С 49,69; Н 5,10;  
N 11,04.

Пример 73. N-[5-(1-Этилпентил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 120-122°C. Выход 69%.

Вычислено, %: С 59,48; Н 6,93;  
N 11,56.

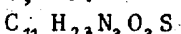


Найдено, %: С 59,74; Н 6,90;  
N 11,45.

Пример 74. N-[5-(1-Метилциклогексил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 211-213°C. Выход 47%.

Вычислено, %: С 59,81; Н 6,41;  
N 11,63.

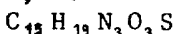


Найдено, %: С 60,03; Н 6,13;  
N 11,83.

Пример 75. N-[5-(1-Метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 137-140°C. Выход 27%.

Вычислено, %: С 56,06; Н 5,96;  
N 13,07.

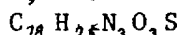


Найдено, %: С 56,27; Н 6,03;  
N 12,85.

Пример 76. N-[5-(1-Этил-1-метилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 145-146°C. Выход 15%.

Вычислено, %: С 59,48; Н 6,93;  
N 11,56.

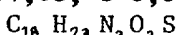


Найдено, %: С 59,33; Н 7,03;  
N 11,49.

Пример 77. N-[5-(Циклогексилметил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 152-154°C. Выход 54%.

Вычислено, %: С 59,81; Н 6,41;  
N 11,63; S 8,87.

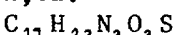


Найдено, %: С 59,87; Н 6,40;  
N 11,34; S 8,62.

Пример 78. N-[5-(2,2-Диметилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 168-169°C. Выход 42%.

Вычислено, %: С 58,43; Н 6,63;  
N 12,02.

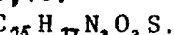


Найдено, %: С 58,70; Н 6,79;  
N 11,77.

Пример 79. N-[5-(1-Метилциклопропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 197-198°C. Выход 41%.

Вычислено, %: С 56,41; Н 5,37;  
N 13,16.

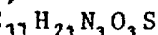


Найдено, %: С 56,19; Н 5,25;  
N 12,99.

Пример 80. N-[5-(1-Метилциклопентил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 218-220°C. Выход 22%.

Вычислено, %: С 58,77; Н 6,09;  
N 12,09.

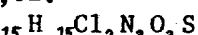


Найдено, %: С 58,98; Н 6,34;  
N 12,09.

Пример 81. N-[5-(2,2-Дихлор-1-метилциклопропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 235-236°C. Выход 63%.

Вычислено, %: С 46,40; Н 3,89;  
N 10,82.



Найдено, %: С 46,66; Н 3,64;  
N 10,60.

Пример 82. N-[5-(1,2-Диметилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 169-171°C. Выход 50%.

Вычислено, %: С 57,29; Н 6,31;

N 12,53.

$C_{14}H_{21}N_3O_3S$

Найдено, %: С 57,29; Н 6,02;

N 12,37.

Пример 83. N-[5-(1,1-Диметил-3-бутенил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 170-172°C. Выход 38%.

Вычислено, %: С 58,77; Н 6,09;

N 12,09; S 9,23.

$C_{17}H_{21}N_3O_3S$

Найдено, %: С 58,75; Н 5,89;

N 11,91; S 8,98.

Пример 84. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2-хлорбензамид.

Т.пл. 233-234°C. Выход 49%.

Вычислено, %: С 55,63; Н 5,60;

N 12,98.

$C_{15}H_{18}ClN_3OS$

Найдено, %: С 55,40; Н 5,36;

N 12,81.

Пример 85. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2-метоксибензамид.

Т.пл. 114-115°C. Выход 25%.

Вычислено, %: С 60,16; Н 6,63;

N 13,16.

$C_{16}H_{21}N_3O_2S$

Найдено, %: С 59,96; Н 6,42;

N 13,05.

Пример 86. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметилбензамид.

Т.пл. 191-192°C. Выход 32%.

Вычислено, %: С 64,32; Н 7,30;

N 13,24.

$C_{17}H_{23}N_3OS$

Найдено, %: С 64,47; Н 7,41;

N 13,46.

Пример 87. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2-(метилтио)бензамид.

Т.пл. 145-147°C. Выход 62,1%.

Вычислено, %: С 57,28; Н 6,31;

N 12,53; S 19,11.

$C_{16}H_{21}N_3OS_2$

Найдено, %: С 56,99; Н 6,06;

N 15,50; S 19,35.

Пример 88. N-[5-(1-Этил-циклогексил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 222-224°C. Выход 25%.

Вычислено, %: С 60,78; Н 6,71;

N 11,19.

$C_{14}H_{15}N_3O_3S$

Найдено, %: С 60,63; Н 6,85;

S 10,92.

Пример 89. N-[5-(1,1-Диэтил-бутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 210-212°C. Выход 61%.

Вычислено, %: С 60,45; Н 7,21;

N 11,13.

$C_{19}H_{27}N_3O_3S$

Найдено, %: С 60,47; Н 6,94;

N 10,97.

Пример 90. N-[5-(1,1,2-Триметилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 197-199°C. Выход 22%.

Вычислено, %: С 58,43; Н 6,63;

N 12,02; S 9,18;

$C_{17}H_{23}N_3O_3S$

Найдено, %: С 58,66; Н 6,43;

N 12,02; S 9,03.

Пример 91. N-[5-(1-Этил-циклопентил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 226-228°C. Выход 62%.

Вычислено, %: С 59,81; Н 6,41;

N 11,63; S 8,87.

$C_{18}H_{23}N_3O_3S$

Найдено, %: С 59,91; Н 6,16;

N 11,71; S 9,08.

Пример 92. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-дихлорбензамид.

Т.пл. 276-277°C. Выход 39%.

Вычислено, %: С 50,28; Н 4,78;

N 11,73; S 8,95; Cl 19,79.

$C_{15}H_{17}Cl_2N_3OS$

Найдено, %: С 50,52; Н 4,54;

N 11,56; S 8,69; Cl 20,03.

Пример 93. N-[5-Метил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 187-188°C. Выход 85%.

Вычислено, %: С 51,60; Н 4,69;

N 15,04;

$C_{12}H_{13}N_3O_3S$

Найдено, %: С 51,72; Н 4,50;

N 15,05.

Пример 94. N-[5-(Метокси-метил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 164-166°C. Выход 51%.

Вычислено, %: С 50,48; Н 4,89;

N 13,58; S 10,37.

$C_{13}H_{15}N_3O_4S$

Найдено, %: С 50,63; Н 4,74;  
N 10,39.

Пример 95. N-[5-(1-Метил-1-пропилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 161-163°C. Выход 40%.

Вычислено, %: С 60,45; Н 7,21;  
N 11,18; S 8,49.

$C_{19}H_{27}N_3O_3S$

Найдено, %: С 60,66; Н 7,03;  
N 10,85; S 8,27.

Пример 96. N-[5-(1,1,2,2-Тетраметилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 245-247°C. Выход 51%.

Вычислено, %: С 59,48; Н 6,93;  
N 11,56; S 8,82.

$C_{18}H_{25}N_3O_3S$

Найдено, %: С 59,58; Н 6,70;  
N 11,44; S 8,93.

Пример 97. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметокси-4-(трифторметил)-бензамид.

Т. пл. 252-254°C. Выход 20%.

Вычислено, %: С 51,79; Н 5,31;  
N 10,07; S 7,68; F 13,65.

$C_{19}H_{22}F_3N_3O_3S$

Найдено, %: С 51,52; Н 5,07;  
N 9,97; S 7,84; F 13,70.

Пример 98. N-[5-(2-Хлор-1,1-диметилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 202-204°C. Выход 69%.

Вычислено, %: С 50,63; Н 5,06;  
N 11,81; S 9,00

$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$

Найдено, %: С 50,86; Н 5,14;  
N 11,90; S 8,59.

Пример 99. N-[5-(1,1-Диметилпентил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 160-162°C. Выход 30%.

Вычислено, %: С 59,48; Н 11,56;  
S 8,82.

$C_{18}H_{25}N_3O_3S$

Найдено, %: С 59,69; Н 6,77;  
N 11,34; S 8,81.

Пример 100. N-[5-Циклогексил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 206-208°C. Выход 55%.

Вычислено, %: С 58,77; Н 6,09;  
N 12,09; S 9,23.

$C_{17}H_{21}N_3O_3S$

Найдено, %: С 58,48; Н 6,30;  
N 11,85; S 9,42.

Пример 101. N-[5-(1,1-Диметилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 167-169°C. Выход 45%.

5 Вычислено, %: С 58,43; Н 6,63;  
N 12,02; S 9,18.

$C_{17}H_{23}N_3O_3S$

Найдено, %: С 58,65; Н 6,79;  
N 12,25; S 8,87.

10 Пример 102. N-[5-Циклобутил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 195-197°C. Выход 65%.

15 Вычислено, %: С 56,41; Н 5,37;  
N 13,16; S 10,04.

$C_{15}H_{17}N_3O_3S$

Найдено, %: С 56,13; Н 5,18;  
N 12,89; S 9,96.

20 Пример 103. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-4-метоксибензамид.

Т. пл. 138-140°C. Выход 63%.

25 Вычислено, %: С 60,16; Н 6,63;  
N 13,16; S 10,04..

$C_{16}H_{21}N_3O_2S$

Найдено, %: С 59,90; Н 6,47;  
N 13,10; S 9,82.

30 Пример 104. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,4,6-триметоксибензамид.

Т. пл. 183,5°C. Выход 65%.

35 Вычислено, %: С 56,97; Н 6,64;  
N 11,07; S 8,45.

$C_{18}H_{25}N_3O_4S$

Найдено, %: С 57,15; Н 6,63;  
N 11,86; S 8,38.

40 Пример 105. N-[5-(1-Пропилциклогексил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 190-192°C. Выход 56%.

45 Вычислено, %: С 61,67; Н 6,99;  
N 10,79; S 8,23.

$C_{20}H_{27}N_3O_3S$

Найдено, %: С 61,46; Н 6,76;  
N 10,53; S 8,44.

50 Пример 106. N-[5-(1,1,2-Триметил-2-бутенил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т. пл. 215-216°C. Выход 60%.

55 Вычислено, %: С 59,81; Н 6,41;  
N 11,63; S 8,87.

$C_{18}H_{23}N_3O_3S$

Найдено, %: С 59,54; Н 6,14;  
N 11,56; S 8,80.

Пример 107. N-[5-(1,1,2-Триметилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 181–183°C. Выход 69%.  
Вычислено, %: С 59,48; Н 6,93;  
N 11,56; S 8,82.

$C_{18}H_{25}N_3O_3S$   
Найдено, %: С 59,46; Н 6,61;  
N 11,36; S 8,32.

П р и м е р 108. N-[5-(1,1,3-Три-  
метилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-  
2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 195–197°C. Выход 66%.  
Вычислено, %: С 59,48; Н 6,93;  
N 11,56.

$C_{18}H_{25}N_3O_3S$   
Найдено, %: С 59,40; Н 6,77;  
N 11,58.

П р и м е р 109. N-[5-(1,1-Ди-  
метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-  
2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 227–229°C. Выход 67%.  
Вычислено, %: С 57,29; Н 6,31;  
N 12,53; S 9,56.

$C_{16}H_{21}N_3O_3S$   
Найдено, %: С 57,09; Н 6,03;  
N 12,27; S 9,76.

П р и м е р 110. N-[5-Фенилме-  
тил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-димер-  
токсibenзамид.

Т.пл. 190–192°C. Выход 80%.  
Вычислено, %: С 60,83; Н 4,82;  
N 11,82; S 9,02.

$C_{18}H_{17}N_3O_3S$   
Найдено, %: С 60,78; Н 4,86;  
N 12,05; S 8,88.

П р и м е р 111. N-[5-(1,1-Ди-  
метилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-  
2,6-диметоксибензамид.

Вычислено, %: С 56,05; Н 5,96;  
N 12,07.

$C_{15}H_{19}N_3O_3S$   
Найдено, %: С 55,81; Н 5,98;  
N 12,10.

П р и м е р 112. N-[5-(1-Этил-  
1,2,2-триметилпропил)-1,3,4-тиади-  
азол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 254–256°C. Выход 56%.  
Вычислено, %: С 60,45; Н 7,21;  
N 11,13; S 8,49.

$C_{19}H_{27}N_3O_3S$   
Найдено, %: С 60,33; Н 7,02;  
N 10,95; S 8,80.

П р и м е р 113. N-[5-Циклопен-  
тил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-димер-  
токсibenзамид.

Т.пл. 180–181°C. Выход 72%.  
Вычислено, %: С 57,64; Н 5,74;  
N 12,60.

$C_{16}H_{19}N_3O_3S$

Найдено, %: С 57,70; Н 5,87;  
N 12,37.

П р и м е р 114. N-[3-(1,1-Ди-  
метил)-1Н-пиразол-5-ил]-2,6-димер-  
токсibenзамид.

Получение 3-(1,1-диметилэтил)-  
5-амино-1Н-пиразола.

Суспензию 9,6 г гидрида натрия  
в 300 мл тетрагидрофурана перемешивают при 60°C при добавлении в виде одной порции смеси 23,2 г метилтриметилацетата и 8,2 г ацетонитрила. Реакционную смесь нагревают при кипении с обратным холодильником в течение 5 ч, а затем охлаждают до комнатной температуры и концентрируют отгонкой растворителя при пониженном давлении. Полученный таким путем продукт растворяют в воде и промывают дихлорметаном. Водный слой подкисляют 1н. хлористоводородной кислотой, и кислотный раствор экстрагируют свежим дихлорметаном. Органические экстракты комбинируют, промывают водой, осушают и растворитель отгоняют с получением 14,0 г цианометил-трет-бутилкетона.

Полученный таким путем кетон растворяют в 150 мл этанола, содержащего 32 г гидразина. Реакционную смесь нагревают при кипении с обратным холодильником в течение 12 ч, а затем охлаждают до комнатной температуры. Удаление растворителя отгонкой при пониженном давлении дает твердый остаток, который растирают с 250 мл петролейного эфира, фильтруют и сушат на воздухе и идентифицируют как 12,5 г 3-трет-бутил-5-амино-1Н-пиразола. Т. пл. 72–74°C

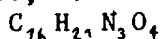
Ацилирование аминопиразола 2,6-диметоксибензоилхлоридом.

К перемешиваемому раствору 1,39 г 3-трет-бутил-5-амино-1Н-пиразола в 50 мл бензола добавляют в виде одной порции 2,01 г 2,6-диметоксибензоилхлорида. Реакционную смесь нагревают при кипении с обратным холодильником в течение 16 ч. Реакционную смесь затем охлаждают, фильтруют и растворитель удаляют из фильтрата отгонкой. Остаток кристаллизуют из этилацетата с получением 550 мг N-[3-(1,1-диметилэтил)-1Н-пиразол-5-ил]-2,6-диметоксибензамида. Т.пл. 176–178°C. Выход 18%.

Масс-спектр.  $M^+$  - теория: 303;  
найденно: 304.

ЯМР (ДМСО- $d_6$ ),  $\delta$ : 1,35 (с, 9H, т-бутил); 3,76 (с, 6H,  $\text{CH}_3\text{O}^-$ ); 5,7-7,4 (м, 5H, ароматика); 10,9 (с, 1H, NH-амида).

Вычислено, %: С 63,35; Н 6,98; N 13,85.



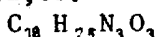
Найдено, %: С 57,39; Н 6,34; N 14,41.

В соответствии с общей методикой примера 114 получают следующие N-пиразолилбензамиды.

**Пример 115.** N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-1H-пиразол-5-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 222-223°C. Выход 38%.

Вычислено, %: С 65,23; Н 7,60; N 12,68.



Найдено, %: С 65,08; Н 7,61; N 12,50.

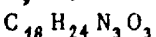
**Пример 116.** N-[3-(1,1-Диметилбутил)-1H-пиразол-5-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 211-213°C. Выход 27%.

Масс-спектр.  $\text{M}^+$  - теория: 330; найдено: 331.

ЯМР (СДС1),  $\delta$ : 0,7-1,6 (м, 13H, 1,1-диметилбутил); 3,81 (с, 6H,  $\text{CH}_3\text{O}$ ); 6,51-6,77 (м, 3H, бензоильная ароматика); 7,2-7,5 (м, 2H, пиразольная ароматика); 7,8-8,1 (широкий синглет, 1H, амидный NH).

Вычислено, %: С 65,23; Н 7,60; N 12,68.

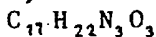


Найдено, %: С 65,34; Н 6,79; N 8,44.

**Пример 117.** N-[3-(1,1-Диметилпропил)-1H-пиразол-5-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 235-237°C. Выход 37%.

Вычислено, %: С 64,33; Н 7,30; N 13,24.



Найдено, %: С 64,20; Н 7,03; N 12,99.

**Пример 118.** N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-4H-1,2,4-триазол-3-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Получение 5-(1-этил-1-метилпропил)-3-амино-4H-1,2,4-триазола.

К перемешиваемому раствору 13,1 г гидроокиси калия в 40 мл воды каплями добавляют раствор 8,4 г дицианидамида в 50 мл ацетона. Затем реакционную смесь охлаждают до 5°C, после чего на протяжении 10 мин кап-

лями добавляют 14,0 г 2-этил-2-метилбутирилхлорида. После добавления реакционную смесь перемешивают при 5°C в течение 15 мин, а затем разбавляют до 600 мл добавлением воды. Водную смесь подкисляют до pH 5,5 ледяной уксусной кислотой, в результате чего образуется белый осадок. Осадок собирают фильтрованием, промывают водой и сушат на воздухе с получением 5,45 г N-(2-этил-2-метилбутирил)-дициандиамида.

Полученный таким путем продукт суспендируют в 35 мл воды и перемешивают при добавлении в виде одной порции раствора 1,1 г гидразина в 25 мл 2-этоксиэтанола. Реакционную смесь кипятят в течение 45 мин, а затем охлаждают до комнатной температуры и перемешивают 12 ч. Образующийся осадок собирают фильтрованием и сушат при 90°C в течение 2 ч с получением 2,65 г 1-[5-(1-этил-1-метилпропил)-4H-1,2,4-триазол-3-ил]-мочевина.

Полученную таким путем пиразолилмочевину добавляют к 30 мл воды, содержащей 3,0 г гидроокиси натрия. Реакционную смесь нагревают при температуре кипения с обратным холодильником в течение 12 ч, затем сильно подкисляют (pH 2,0) азотной кислотой. Образовавшийся осадок собирают фильтрованием, когда смесь находится в горячем состоянии. После воздушной сушки осадка его идентифицируют как 2,65 г 5-(1-этил-1-метилпропил)-3-амино-4H-1,2,4-триазол в виде соли азотной кислоты. Т.пл. 131°C.

Полученную таким путем соль растворяют в воде и разбавляют аммиаком до pH 8. Растворитель затем отгоняют и остаток растирают с 25 мл ацетонитрила, получая 1,1 г 5-(1-этил-1-метилпропил)-3-амино-4H-1,2,4-триазола.

Раствор 1,1 г триазола и 1,43 г 2,6-диметоксибензоилхлорида в 75 мл толуола вводят в реакцию при кипении с обратным холодильником в течение 16 ч. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, и растворитель отгоняют при пониженном давлении с получением камеди, которую хроматографируют на колонке с силикагелем, элюируя 50%-ным этилацетатом в гексане. Фракции, для которых ТСХ-анализ показывает наличие про-

дукта, комбинируют, и растворитель отгоняют с получением 175 мг N-[5-(1-этил-1-метилпропил)-4Н-1,2,4-триазол-3-ил]-2,6-диметоксибензамида. Т.пл. 279-280°C; Выход 8%.

Вычислено, %: С 61,45; Н 7,23;  
N 16,87.

$C_{17}H_{24}N_4O_3$   
Найдено, %: С 60,94; Н 7,14;  
N 15,99.

Масс-спектр:  $M^+$ -теория: 332;  
найдено: 333.

Пример 119. 2,6-Диметоксибензоилхлорид вводят в реакцию с 3-амино-1Н-1,2,4-триазолом по методике примера 118 с получением N-(1Н, 1,2,4-триазол-3-ил)-2,6-диметоксибензамида. Т.пл. 191-193°C.

Пример 120. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изотиазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Получение 3-(1,1-диметилэтил)-5-аминоизотиазола.

Смесь 50,0 г цианометил-трет-бутилкетона в 250 мл этанола, содержащего 200 мл аммиака, нагревают при 150°C в течение 16 ч. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, и растворитель отгоняют при пониженном давлении. Остаток растворяют в 330 мл дихлорметана и разбавляют 0,7 г гидроокиси калия и 52 мл сернистого водорода. Реакционную смесь нагревают при 80°C в течение 24 ч, затем охлаждают и концентрируют до сухого остатка отгонкой растворителя. Продукт идентифицируют как 71 г 2,2-диметил-3-амино-3-бутенил тиокарбонксамида.

800 мг полученного таким путем продукта растворяют в 25 мл этанола, содержащего 5 мл 30%-ной перекиси водорода. Реакционную смесь перемешивают 20 мин, а затем концентрируют до сухого остатка упариванием с получением 3-(1,1-диметилэтил)-5-аминоизотиазола.

Раствор 5-аминоизотиазола и 1,1 г 2,6-диметоксибензоилхлорида в 50 мл толуола нагревают при кипении с обратным холодильником в течение двух часов, на протяжении которых образуется осадок. Осадок собирают фильтрованием и сушат с получением 340 мг N-[3-(1,1-диметилэтил)-5-изотиазолил]-2,6-диметоксибензамида. Т.пл. 266-267°C. Выход 30%.

Вычислено, %: С 59,98; Н 6,29;

N 8,74.

$C_{16}H_{20}N_2O_3S$

Найдено, %: С 59,71; Н 6,15;

5. N 8,74.

Пример 121. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изотиазолил]-2,6-диметоксибензамид получают по методике примера 120.

10. Т.пл. 243-244°C. Выход 70%.

Вычислено, %: С 62,04; Н 6,94;  
N 8,04.

$C_{18}H_{24}N_2O_3S$

Найдено, %: С 62,21; Н 6,73;

15. N 8,24.

Пример 122. N-[6-(1,1-Диметилэтил)пиридазин-3-ил]-2,6-диметоксибензамид.

20. Получение 3-амино-6-(1,1-диметилэтил)пиридазина.

Смесь 5,8 г 3-хлор-6-(1,1-диметил)пиридазина в 100 мл жидкого аммиака нагревают в бомбе при 200°C в течение 24 г. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры и фильтруют, а растворитель удаляют из фильтра отгонкой при пониженном давлении с получением черного масла. Масло хроматографируют на силикагеле, элюируя этилацетатом и бензолом. Комбинируют подходящие фракции, и растворитель удаляют отгонкой с получением 2,08 г 3-амино-6-(1,1-диметилэтил)пиридазина. Т.пл. 125-132°C.

30. Вычислено, %: С 63,54; Н 8,67;  
N 27,79.

$C_8H_{13}N_3$

Найдено, %: С 63,74; Н 8,49;

35. N 27,53.

40. Раствор 600 мг 2,6-диметоксибензоилхлорида в 100 мл толуола, содержащего 500 мг 3-амино-6-(1,1-диметилэтил)пиридазина, нагревают при кипении с обратным холодильником

45. в течение 21 ч. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, и образующийся осадок собирают фильтрованием. Твердый продукт хроматографируют на силикагеле, элюируя этилацетатом. Анализ методом тонкослойной хроматографии основного продукта показывает, что образуется весьма небольшое количество бис-ацилированного продукта. Смесь растворяют в 10 мл этанола и 10 мл 2 н. гидроокиси натрия, и щелочной раствор нагревают 2 ч при температуре кипения с обратным холодильником. Ре-

акционную смесь охлаждают и подкисляют добавлением 1 н. хлористоводородной кислоты. Образующийся осадок собирают фильтрованием и перекристаллизуют из гексана с получением 49 мг N-[6-(1,1-диметилэтил)-пиридазин-3-ил]-2,6-диметоксибензамида. Т.пл. 163-165°C. Выход 5%.

Вычислено, %: C 61,99; H 6,50;  
N 13,32.

$C_{17}H_{21}N_3O_3$   
Найдено, %: C 64,95; H 6,41;  
N 13,28.

Масс-спектр:  $M^+$ -теория: 315;  
найденно: 315.

По реакции подходящим образом замещенного бензоилгалогенида с ариламином получают несколько следующих дополнительных соединений.

Пример 123. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-ди(метилтио)бензамид.

Т.пл. 194-195°C. Выход 42%.  
Вычислено, %: C 53,51; H 6,08;  
N 11,01; S 25,21.

$C_{17}H_{23}N_3OS_2$   
Найдено, %: C 53,65; H 6,12;  
N 10,80; S 25,40.

Пример 124. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2-метокси-6-метилтиобензамид.

Т.пл. 184-185°C. Выход 44,7%.  
Вычислено, %: C 55,86; H 6,34;  
N 11,50; S 17,54.

$C_{17}H_{23}N_3O_2S_2$   
Найдено, %: C 55,93; H 6,17;  
N 11,23; S 17,37.

Пример 125. N-[5-(1-н-Пропилциклопентил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 181-183°C. Выход 56,5%.  
Вычислено, %: C 60,78; H 6,71;  
N 11,09; S 8,54.

$C_{19}H_{25}N_3O_2S$   
Найдено, %: C 61,08; H 6,76;  
N 11,40; S 8,29.

Пример 126. N-[5-(1-Метилэтиленил)-циклогексил]-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 226-228°C. Выход 53%.  
Вычислено, %: C 64,74; H 6,71; O;  
N 10,84; S 8,27.

$C_{10}H_{15}N_3O_3S$   
Найдено, %: C 62,20; H 6,52;  
N 10,55; S 8,04.

Пример 127. N-[5-(1-Изопропилциклогексил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид,

Т.пл. 224-226°C. Выход 53,6%.  
Вычислено, %: C 61,67; H 6,99;  
N 10,79; S 8,23.

$C_{20}H_{27}N_3O_3S$   
Найдено, %: C 61,47; H 6,75;  
N 10,53; S 8,21.

Пример 128. N-[5-(1-Этил-1,2-диметил-2-пропенил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 207-209°C. Выход 10%.  
Вычислено, %: C 59,81; H 6,41;  
N 11,63; S 8,87.

$C_{18}H_{23}N_3O_3S$   
Найдено, %: C 59,65; H 6,40;  
N 11,56; S 9,02.

Пример 129. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2-метокси-5-трифторметил-6-метилтиобензамид.

Т.пл. 224-225°C. Выход 26,2%.  
Вычислено, %: C 49,84; H 5,12;  
N 9,69; F 13,15; S 14,79.

$C_{18}H_{22}F_3N_3O_2S_2$   
Найдено, %: C 49,65; H 4,92;  
N 9,90; F 13,40; S 14,81.

Пример 130. N-[5-(1-Метилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 164-166°C. Выход 29%.  
Вычислено, %: C 54,72; H 5,54;  
N 13,68; S 10,42.

$C_{19}H_{17}N_3O_2S$   
Найдено, %: C 54,65; H 5,52;  
N 13,62; S 10,90.

Пример 131. N-[5-Циклопропил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 194-196°C. Выход 52%.  
Вычислено, %: C 55,07; H 4,95;  
N 13,76; S 10,50.

$C_{14}H_{15}N_3O_3S$   
Найдено, %: C 55,37; H 5,18;  
N 13,66; S 10,29.

Пример 132. N-(3-Этил-5-изоксазоллил)-2,6-диметоксибензамид.

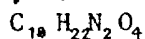
Т.пл. 132-134°C. Выход 57%.  
Пример 133. N-(3-Метил-5-изоксазоллил)-2,6-диметоксибензамид.

Т.пл. 155-158°C. Выход 70%.  
Вычислено, %: C 59,54; H 5,38;  
N 10,68; O 24,40.

$C_{13}H_{14}N_2O_4$   
Найдено, %: C 59,85; H 5,67;  
N 10,40; O 24,63.

Пример 134. N-(3-н-Гексил-5-изоксазоллил)-2,6-диметоксибензамид.  
Т.пл. 119-121°C.

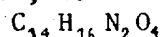
Вычислено, %: С 65,04; Н 7,28;  
N 8,43.



Найдено, %: С 64,92; Н 7,43;  
N 8,16.

Пример 135. N-(3-Этил-5-изоксазоллил)-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 132-134°C. Выход 56,6%.

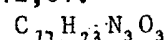
Вычислено, %: С 60,86; Н 5,84;  
N 10,14.



Найдено, %: С 60,77; Н 5,81;  
N 10,03.

Пример 136. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-оксадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 190-192°C. Выход 16%.

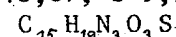
Вычислено, %: С 61,36; Н 6,91;  
N 12,61.



Найдено, %: С 61,99; Н 6,84;  
N 13,29.

Пример 137. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-1,2,4-тиадиазол-5-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 180-182°C. Выход 65,7%.

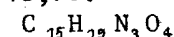
Вычислено, %: С 56,06; Н 5,96;  
N 13,07; S 9,98.



Найдено, %: С 56,07; Н 5,72;  
N 12,89; S 10,25.

Пример 138. N-[3-(1,1-Диметилэтил)-1,2,4-оксадиазол-5-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 207-209°C.

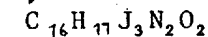
Вычислено, %: С 59,01; Н 6,27;  
N 13,76.



Найдено, %: С 59,18; Н 6,49;  
N 13,85.

Пример 139. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазоллил]-2,3,5-трийодобензамид. Т.пл. 167-168°C.

Вычислено, %: С 29,56; Н 2,64;  
N 4,31.



Найдено, %: С 29,80; Н 2,79;  
N 4,29.

Пример 140. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазоллил]-2,6-диметил-тиобензамид. Т.пл. 114-116°C. Выход 21%.

Пример 141. N-[3-(1-Метоксиметил-1-метилпропил)-5-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 164-166°C. Выход 34%.

Пример 142. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-4-метил-5-изоксазо-

лил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 179-180°C. Выход 37%

Пример 143. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-оксадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 190-192°C. Выход 2%.

Пример 144. N-[5-(1-Метилциклобутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 218-220°C. Выход 50%.

Пример 145. N-[5-(1,1,2-Триметил-2-пропенил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 236-238°C. Выход 66%.

Пример 146. 3-Бром-N-[5-(1-этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 163-165°C. Выход 35%.

Пример 147. N-[5-(1,1-Диметил-2-пропенил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 225-228°C. Выход 52%.

Пример 148. N-(5-Циклогептил-1,3,4-тиадиазол-2-ил)-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 213-215°C. Выход 80%.

Пример 149. N-[5-(1-Этил-1-метилпентил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 141-143°C. Выход 49%.

Пример 150. N-[5-(1-Этил-1-пропилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 216-218°C. Выход 48%.

Пример 151. N-[5-(1-Этил-1,3-диметилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 166-168°C. Выход 18%.

Пример 152. N-[5-(1-Этил-1-метилгексил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 107-109°C. Выход 37%.

Пример 153. N-[5-(1-Этил-1,2-диметилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 205-207°C. Выход 29%.

Пример 154. N-[5-(1,1-Диметил-2-метоксипропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 202-203°C. Выход 25%.

Пример 155. N-[5-(1-Метилтио-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 223-224°C. Выход 52%.

Пример 156. N-[5-(1-Этил-1,2-диметилбутил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 197-199°C. Выход 15%.

Пример 157. N-[6-(1-Этил-1-метилпропил)пиридазин-3-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 145-147°C. Выход 68%.

Пример 158. N-[6-(1-Этилциклогексил)пиридазин-3-ил]-2,6-диметоксибензамид.

Пример 159. N-[5-(1,1-Диметоксиметил)этил-3-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 164-166°C. Выход 77%.

Пример 159А. N-[5-(1,1-Бис-Ацетоксиметил)-этил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 115-125°C /S/. Выход 3%.

Пример 160. N-[5-(2-Метил-1,3-дистиан-2-ил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 259°C. Выход 2%.

Пример 161. N-[5-(2,2-Дихлор-1,1-диметилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 211-213°C. Выход 33%.

Пример 162. N-[5-(1,3-Дистиан-2-ил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 200-208°C. Выход 60%.

Пример 163. N-[5/4-(1,1-Диметилэтил)-2-имидазолил]-2,6-диметоксибензамид.

Получение 2-амино-5-(1,1-диметилэтил)-имидазола.

К перемешиваемому раствору 6,8 г аминометил-(1,1-диметилэтил)кетона в виде хлористоводородной соли в 30 мл воды порциями добавляют 5,0 г цианамид. pH реакционной смеси доводят до 6,0 добавлением 1 н. гидроокиси натрия, а затем смесь нагревают до 90°C и перемешивают 35 мин. После этого реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, разбавляют 100 мл воды и несколько раз экстрагируют диэтиловым эфиром. Водный слой подщелачивают гидроокисью аммония и снова несколько раз экстрагируют диэтиловым эфиром. Экстракты из щелочной смеси комбинируют и концентрируют до сухого остатка с получением твердого вещества. Таким путем полученный остаток растворяют в 20 мл 6 н. хлористоводородной кислоты и нагревают 16 ч при кипении с обратным холодильником. Реакционную смесь охлаждают, концентрируют до масла отгонкой растворителя, и масло растворяют в воде с последующим подщелачиванием до pH 8,5. Ще-

лочную смесь несколько раз экстрагируют диэтиловым эфиром. Эфирные экстракты комбинируют, промывают водой, осушают и растворитель отгоняют при пониженном давлении с получением 0,5 г 5-(1,1-диметилэтил)-2-аминоимидазола.

5 ЯМР (DMCO-d<sub>6</sub>), δ: 1,17 (с, 9H, трет-бутил); 5,47 (NH<sub>2</sub>, NH); 6,1 (с, 1H, ароматика).

10 Смесь 0,5 г полученного таким путем 2-аминоимидазола и 0,72 г 2,6-диметоксибензоилхлорида в 50 мл бензола нагревают 16 ч при кипении с обратным холодильником. Затем реакционную смесь охлаждают и растворитель отгоняют при пониженном давлении. Продукт растворяют в 25 мл этанола, и снова растворитель отгоняют при пониженном давлении с получением масла. Масло очищают методом препаративной тонкослойной хроматографии с получением 25 мг N-[5/4-(1,1-диметилэтил)-2-имидазол]-2,6-диметоксибензамид. Т.пл. 170-173°C.

20 ЯМР (DMCO-d<sub>6</sub>), δ: 1,2 (с, 9H, трет-бутил); 3,74 (с, 6H, метокси); 6,38-7,41 (м, 5H, ароматика).

30 Пример 164. N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензолкарботиоамид.

N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид (5 г, 0,014 моль) суспендируют в диоксане (75 мл). К суспензии добавляют пентасульфид фосфора (4,7 г; 0,21 моль), и реакционную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 3 ч в атмосфере азота. Смесь затем охлаждают и фильтруют. Маточный раствор затем выливают в воду (200 мл), и образующийся при перемешивании (1 ч) желтый осадок отфильтровывают.

45 Полученный таким путем материал очищают с использованием жидкостной хроматографии высокого давления. Т.пл. 202-204°C, выход 17,6%.

50 Пример 165. N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензолкарботиоамид.

N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид (6,0 г; 0,018 моль) и димер п-метоксифенилтиофосфинсульфида (реактив Лейуссона) (7,28 г; 0,018 моль) суспендируют в толуоле (150 мл) и перемешиваемую смесь нагревают с обрат-

ным холодильником. Вначале смесь образует прозрачный желтый раствор, а затем по мере развития реакции становится оранжевой, и в этот момент раствор охлаждают до комнатной температуры и толуол отгоняют в вакууме. Метиленхлорид добавляют к твердому осадку, который образуется при этом, и смесь фильтруют. Упаривание фильтра в вакууме дает красновато-оранжевое вязкое масло. Это масло помещают в колонку с силикагелем (500 г) сухой набивки, и колонку элюируют метиленхлоридом. Первым элюируемым компонентом является изомер, производный от реактива Лейуссона. Следующим компонентом является целевой продукт, который выделяют в виде желтой жидкости. Требуемые фракции продукта комбинируют, растворитель отгоняют в вакууме, после чего целевой продукт кристаллизуют в виде желтого твердого вещества, т.пл. 110-112°C, выход 4,1 г.

Пример 166. N-[5-(1,1-Диметоксиметил)этил-3-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид, натриевая соль.

N-[5-(1,1-Диметоксиметил)этил-3-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид (3,64 г, 0,01 моль) растворяют в тетрагидрофуране (75 мл) при комнатной температуре в атмосфере азота. К раствору добавляют гидрид натрия (0,432 г, 0,009 моль) в виде порций, с перемешиванием. Реакционную смесь перемешивают до тех пор, пока целевой продукт не выпадет в виде белого твердого вещества.

После проведения стандартной обработки и сушки в вакууме (материал гигроскопичен) получают 2,25 г натриевой соли. Т.пл. гидратированного продукта 82-84°C.

Пример 167. N-[5-(1-Этил-1-метилпролил)-3-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид, натриевая соль.

Целевой продукт получают аналогичным путем с применением в качестве растворителя смеси 1:1 метилendioхлорида и сухого диэтилового эфира. Т.пл. 218-220°C; выход 83%.

Производные бензида формулы I проявляют гербицидную активность в отношении множества видов сорной растительности, обычно встречающейся в районах, используемых для выращивания культурных растений, таких как зерновые, и т.п. Избирательная

гербицидная активность соединений проанализирована во множестве испытаний в теплицах и на полях. Одним из таких испытаний является тепличное испытание широкого спектра, проводимое при заполнении квадратных пластмассовых горшков стерилизованной опесчаненно-суглинистой почвой и высаживании семян томатов, росички кровяной и щирцы. Каждый горшок удобряют 158 мг удобрения 23-21-17 за четыре дня до обработки испытуемым соединением.

Испытуемые соединения составляют для нанесения растворением каждого соединения в растворе, представляющем собой 100 мл ацетона и 100 мл этанола, а также 1,174 г продукта Токсимул R и 0,783 г продукта Токсимул S (фирменные смеси анионных и неионогенных ПАВ, производимых фирмой "Степан кемикл компани", Нортфилд шт. Иллинойс). Каждое испытуемое соединение растворяют в разбавителе при расходе 20 мг на 2 мл растворителя, а затем раствор разбавляют до 8 мл деионизованной водой. Соединение в виде композиции наносят на почву рассадных горшков с расходом 15 фунтов на акр (16,8 кг/га).

Испытуемые соединения используют для послевсходовой обработки некоторых рассадных горшков, и для предвсходовой обработки других. Послевсходовая обработка выполняется опрыскиванием раствора, содержащего испытуемое соединение, на появившиеся спустя 12 сут после посадки семян растения. Предвсходовую обработку производят опрыскиванием почвы за сутки до высадки семян.

После обработки испытуемыми соединениями горшки помещают в теплицу и увлажняют по мере надобности. Наблюдения производят спустя 10-13 сут после нанесения испытуемых соединений и в каждом наблюдении в качестве стандарта используют необработанные контрольные растения. Степень гербицидной активности испытуемых соединений определяют оценкой состояния обработанных растений по шкале от 1 до 5. При использовании этой шкалы 1 соответствует отсутствию поражения растения; 2 - слабому поражению; 3 - умеренному поражению растения; 4 - сильному поражению, 5 - уничто-

жению растения или отсутствию проростков.

Тип поражения растения приведен в табл. 1 с использованием следующих условных обозначений:

A = опадение листьев;

B = ожог;

C = хлороз;

D = уничтожение;

E = эпинастия;

F = влияние на способность развиваться;

G = темно-зеленая окраска;

I = усиленный рост растения;

L = местный некроз;

N = отсутствие прорастания;

P = пурпурная пигментация;

R = ослабление прорастания;

S = низкорослость;

U = неклассифицированное поражение.

5

Соединения, вызывающие поражения растений, определяемые баллом 4 или 5, считаются очень активными, тогда

10 как соединения с баллами 2 или 3 считаются умеренно активными.

В табл. 1 представлены данные по гербицидной активности типичных предлагаемых бензамидов при оценке методом испытания широкого спектра.

15

Т а б л и ц а 1

Соединение примера	Предвсходовая обработка			Послевсходовая обработка		
	Томаты	Росичка	Щирица	Томаты	Росичка	Щирица
1	5N	5N	5N	4BS	4BS	4BS
2	1	1	5N	1	1	1
3	4RS	3S	4RS	1	1	1
4	1	1	5N	5D	1	4CBS
5	1	1	3RS	4CBS	4BS	5D
9	5N	2CBS	5N	2CBS	1	1
10	3RS	3RS	4RS	3GS	1	1
14	5N	5N	5N	4BS	2BS	4BS
16	5N	4RS	5N	4BS	3CBS	4CBS
17	5N	4S	5N	3SB	2SB	3SB
18	2S	2S	3S	5D	2S	4SB
21	1	1	5N	1	1	1
23	5N	5N	1	2S	1	1
24	5N	5N	5N	4CFS	2BS	3FS
25	5N	5N	5N	5D	1	5D
29	5N	5N	5N	3FS	1	2FS
33	1	1	5N	1	1	1

Продолжение табл.1

Соединение примера	Предвсходовая обработка			Послевсходовая обработка		
	Томаты	Росичка	Щирица	Томаты	Росичка	Щирица
37	1	5D	1	1	2CBS	1
54	5N	5N	5N	4CB	1	4CB
55	1	5N	5N	4FS	2S	3FS
57	1	4RS	4RS	1	1	1
58	5N	5N	5N	2FS	1	1
61	5	4RS	5N	4BS	1	4BS
64	4RS	1	5N	2FS	1	1
67	1	2S	5N	1	1	1
69	1	1	1	1	2BS	2BS
71	5N	1	5N	4CBS	2PBS	4BS
73	4RS	2RS	4RS	4BS	2PBS	4BS
74	5N	5N	5N	3BS	2BS	3BS
75	4RS	1	5N	2CBS	1	1
76	5N	5N	5N	4BS	2BS	5D
79	3S	4S	3S	1	1	1
80	5N	3RS	5N	1	1	1
82	5N	1	5N	2CS	1	1
86	1	1	1	2CBS	2BS	3BS
90	5N	5N	5N	4CFS	2BS	3FS
95	5N	5N	5N	4BS	3BS	4FS
98	1	1	5N	1	1	1
99	1	1	5N	1	1	1
105	4RS	1	4RS	1	1	3RS
107	4RS	3RS	4RS	2S	2BS	2FS
108	3RS	2S	5N	1	1	2BS
109	5N	3RS	5N	4FS	2PBS	4FS

Продолжение табл. 1

Соединение примера	Предвсходовая обработка			Послевсходовая обработка		
	Томаты	Росичка	Щирица	Томаты	Росичка	Щирица
116	5N	4RS	4RS	3GFS	2BS	1
117	3RS	2RS	4RS	4BS	2BS	3BS
119	2CBS	2CBS	2S	4CBS	4CBS	4CBS
122	5N	5N	5N	4CBS	2BS	5D
132	1	1	1	1	1	1
134	1	1	1	1	1	1
163	5N	5N	5N	3CBS	1	2CS

Проводят аналогичное тепличное исследование с использованием семи видов семян для дальнейшей оценки предвсходовой и послевсходовой гербицидной активности предлагаемых производных бензамида. Предназначенные для оценки соединения составляют в виде препарата согласно описанной методике, за исключением того, что

25

около 4 г/100 мл соединения растворяют в ПАВ-содержащем растворителе и около 1 части органического раствора разбавляют 12 частями воды перед нанесением для обработки емкостей с высеянными семенами. Соединения наносят с эффективным расходом 8 фунт/акр (19,0 кг/га). Результаты проверки представлены в табл.2.

Т а б л и ц а 2

Соединение применяется	Предвсходовая обработка							Послевсходовая обработка						
	Куку- руза	Росич- ка	Шири- ца	Щетин- ник	Канат- ник- Теоф- раста	Ипо- мея	Ци- ния	Куку- руза	Росич- ка	Шири- ца	Щетин- ник	Канат- ник- Теоф- раста	Ипо- мея	Ци- ния
1	5	5	5	5	5	4	5	1	3	3	2	1	2	3
2	1	1	4	1	1	2	3	1	1	1	1	1	1	2
4	1	2	5	2	2	3	5	1	1	1	1	1	1	1
6	1	1	5	1	1	1	2	2	1	1	1	1	1	2
8	1	1	3	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1
9	3	4	5	4	1	1	4	1	1	1	1	1	1	1
10	2	5	5	3	3	2	4	1	1	3	1	1	2	3
11	1	3	5	2	1	2	1	1	1	2	1	1	1	3
12	2	4	5	3	3	3	2	2	1	3	1	2	2	3
13	3	4	5	4	1	1	1	1	1	3	1	1	2	2
14	4	5	5	5	4	5	5	2	1	4	1	2	3	3
16	3	4	5	4	3	3	3	2	1	1	1	1	2	3
17	2	4	5	4	3	2	2	2	1	3	2	2	2	3
19	5	5	5	5	5	5	5	3	3	4	2	3	3	3
22	3	4	5	2	2	4	4	1	1	3	1	1	2	3
23	2	5	5	4	3	3	3	1	1	3	1	1	1	2

Соединение	Предвсходовая обработка						Послевсходовая обработка							
	Кукура	Роска	Щрица	Щетинник	Канатник	Ипомея	Циния	Кукура	Роска	Щрица	Щетинник	Канатник	Ипомея	Циния
24	3	4	5	3	3	3	5	1	1	2	1	2	1	2
26	1	3	5	2	2	1	3	1	1	2	1	1	1	2
30	2	1	1	2	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1
33	1	1	2	1	3	1	5	1	1	1	1	1	1	1
37	2	3	2	2	1	1	1	2	1	1	1	2	2	2
41	1	1	4	1	1	1	1	1	1	3	1	1	1	3
47	2	1	1	3	2	1	3	1	1	1	1	1	1	1
48	1	2	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
49	1	3	2	2	1	1	1	-	-	-	-	-	-	-
50	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
51	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2
52	1	1	1	1	1	2	1	2	1	1	1	1	1	1
53	2	1	1	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1
54	4	5	5	5	5	5	5	1	1	1	1	1	1	1
55	2	5	5	5	5	3	3	1	2	4	1	3	2	3



Соединение	Предвсходовая обработка						Послевсходовая обработка							
	Кукуруза	Росичка	Ширица	Щетинник	Канатник	Ипомея	Циния	Кукуруза	Росичка	Ширица	Щетинник	Канатник	Ипомея	Циния
78	1	1	3	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
79	1	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	2	2	2
80	1	4	5	3	1	2	5	2	1	1	1	1	2	2
81	1	1	3	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
82	1	4	5	2	2	3	4	1	1	3	1	1	1	1
83	2	4	5	3	2	3	4	1	1	1	1	1	1	1
84	1	1	4	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
85	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
86	1	1	4	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
87	1	3	3	2	3	2	3	1	1	1	1	1	1	1
88	3	5	5	4	3	3	3	1	1	3	1	1	1	2
92	1	1	3	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1
94	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
95	3	4	5	4	3	3	2	1	2	4	2	3	3	3
97	1	3	5	2	1	1	3	1	1	1	1	1	1	1

Продолжение табл. 2

Соединение-применение	Предвсходовая обработка						Послевсходовая обработка						
	Кукуруза	Росичка	Ширица	Щетинник	Канатник	Циния	Кукуруза	Росичка	Ширица	Щетинник	Канатник	Ипомея	Циния
99	1	4	5	1	1	1	1	1	3	1	1	1	2
100		1	1	1	1	1	1	1	1	2	2	1	1
101	1	4	4	1	1	3	2	2	1	1	1	2	2
102	1	2	3	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1
103	1	4	1	1	1	1	1	3	1	1	3	5	5
122	4	5	5	5	3	3	4	3	3	1	1	1	1
104	1	4	3	3	2	2	1	1	1	1	1	2	1
106	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2
110	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
113	2	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
114	1	4	5	3	2	3	5	1	1	1	1	1	1
115	2	4	4	3	2	4	3	1	1	2	1	1	2
116	1	4	4	2	2	2	1	1	1	1	1	1	2
118	1	2	5	1	2	2	2	1	1	1	1	1	1
- 119	1	2	2	4	3	1	3	1	3	2	2	1	1

Продолжение табл. 2

Соединение	Предвсходовая обработка						Послевсходовая обработка							
	Кукуруза	Росичка	Ширица	Щетинник	Канатник-Теофраста	Ипомея	Циния	Кукуруза	Росичка	Ширица	Щетинник	Канатник-Теофраста	Ипомея	Циния
126	1	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
128	1	5	4	1	3	2	2	1	1	3	1	1	1	2
129	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
131	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
137	1	1	1	1	1	1	1	1	3	1	1	1	1	2
138	1	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
157	5	5	5	5	5	5	5	4	4	5	3	4	3	3
158	3	5	5	3	3	4	3	2	2	3	2	2	3	4
A*	1	1	1	1	1	1	1	2	1	1	2	1	1	1
B**	2	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1

\* А - 3-[4-(1,1-диметилэтил)фенокси]-N,N-диэтилбензамид;

\*\* В - 3-[4-(1,1-диметилэтил)фенокси]-N-пропилбензамид [3].

Из табл. 2 следует, что производные N-арилбензамида формулы I проявляют более высокую гербицидную активность при предвсходовой и после всходовой обработке семян, чем их близкие аналоги по структуре и действию - производные м-феноксисбензамида - соединения А и В.

Гербицидную активность ряда производных бензамида формулы I оценива-

ют в ходе тепличного испытания на различных видах. Для определения гербицидной избирательности соединений используют несколько дополнительных видов сорных и культурных растений. Препарат на основе соединений составлен описанным путем и используется для предвсходовой обработки горшков с высеянными семенами. Результаты для некоторых соединений формулы I представлены в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Соединение	Расход, фунт/акр (1,12 кг/га)	Кукуруза	Хлопчатник	Соя	Пшеница	Люцерна	Сахарная свекла	Рис	Огурцы	Томаты
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	4	1	4	1	2	5	3	5	5
	0,5	2	1	3	1	5	5	3	2	5
	0,25	1	1	2	1	5	5	5	4	4
3	1	1	1	2	1	1	5	2	3	4
	0,5	1	1	1	1	1	5	1	2	3
	0,25	1	1	1	1	1	5	1	1	1
4	1	1	1	1	1	4	5	1	1	2
	0,5	1	1	1	1	4	5	1	1	3
	0,25	1	1	1	1	1	4	1	1	1
5	4	1	1	1	1	1	5	1	1	1
	1	1	1	1	1	1	3	1	1	1
6	4	2	2	4	3	4	5	1	2	4
	2	2	2	2	1	2	5	1	1	4
	1	1	1	2	1	1	4	1	2	4
	0,5	1	1	2	1	1	3	1	2	1
	0,25	1	1	1	1	1	4	1	1	1
9	4	2	1	3	1	3	5	2	2	4
	1	1	1	2	1	2	5	2	2	2
	0,5	1	1	1	1	2	5	2	1	2
	0,125	1	1	1	1	1	5	1	1	1

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
11	4	1	1	1	1	1	3	1	1	1
	2	1	1	1	1	1	2	1	2	1
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
13	4	2	1	2	1	1	4	1	3	1
	2	1	1	2	1	1	4	1	2	2
	1	1	1	1	1	3	1	1	1	2
14	1	2	2	3	1	5	5	2	5	5
	0,5	2	1	2	1	1	3	1	2	3
	0,25	1	1	2	1	2	2	3	1	2
15	1	1	1	1	1	1	3	1	1	4
	0,5	1	1	1	1	1	4	1	2	4
	0,25	1	1	1	1	1	3	1	1	5
16	1	1	1	2	1	3	5	1	3	5
	0,5	1	1	2	1	5	5	1	1	2
	0,25	1	1	1	1	4	4	1	1	1
17	1	1	2	3	2	3	5	1	1	5
	0,5	2	1	3	1	3	3	1	3	4
	0,25	2	2	3	2	5	5	1	1	1
21	1	1	1	-	1	1	2	1	3	2
	0,5	1	2	-	1	2	5	1	1	1
	0,25	1	1	-	1	1	1	1	1	1
23	1	1	1	2	1	1	5	3	3	5
	0,5	2	1	1	1	1	5	1	3	5
	0,25	2	1	1	1	1	5	2	2	3
	0,125	1	1	1	1	1	5	1	1	1
24	1	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	4	1	3	2

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	0,25	1	2	1	1	1	3	1	2	2
26	4	1	2	2	1	1	5	1	1	1
	2	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	1	1	1	1	1	1	2	1	1	1
27	4	1	2	3	1	3	5	2	4	4
	2	1	1	4	1	3	5	1	2	4
	1	1	1	1	1	5	5	1	2	3
	0,5	1	1	2	1	4	4	1	3	1
29	1	2	1	1	1	1	5	2	4	2
	0,5	2	1	1	1	1	2	1	3	1
	0,25	2	1	1	1	1	2	1	2	1
31	1	1	1	2	1	1	4	1	2	1
	0,5	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	0,25	1	1	1	1	1	1	1	1	1
33	2	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	1	1	1	1	1	1	3	1	1	1
34	1	2	1	3	1	2	4	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	3	1	1	1
35	1	1	1	1	1	1	2	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	1	1	1	1
36	1	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	3	1	1	1
42	1	1	1	1	1	1	4	2	2	2
	0,5	1	1	1	1	1	4	1	1	1
43	4	1	1	1	1	1	4	1	2	1
	2	1	1	1	1	1	2	1	1	1
61	4	4	1	4	3	5	5	4	5	5
	0,5	2	1	4	2	4	5	3	2	2

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	0,125	1	1	1	1	4	2	1	2	1
62	4	2	1	2	1	1	1	1	1	1
	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
63	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	1	1	2	1
	0,25	1	1	1	1	1	1	1	1	1
64	4	1	1	1	1	1	4	-	2	2
	2	1	1	1	1	1	3	1	1	2
	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1
66	4	4	2	4	2	5	5	4	3	5
	1	2	2	3	2	3	5	3	2	2
	0,5	2	1	3	1	1	5	4	2	2
	0,125	1	2	1	1	1	2	1	2	1
68	4	1	1	1	1	1	4	2	2	2
	2	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	1	1	1	1	1	1	4	1	1	3
	0,5	1	1	1	1	1	1	1	1	1
73	4	1	2	3	1	3	3	1	3	3
	1	1	1	2	1	1	4	2	1	2
	0,5	1	1	1	1	1	1	1	1	3
74	1	1	1	2	1	3	5	3	2	3
	0,5	1	1	2	1	2	5	4	1	1
	0,25	2	1	1	1	1	5	1	1	5
76	1	1	1	2	2	4	4	1	2	5
	0,5	1	1	1	1	1	2	2	3	2
	0,25	1	1	1	1	1	2	1	1	3

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
83	1	1	1	1	1	4	4	1	1	2
	0,5	1	1	1	1	1	2	1	1	1
	0,25	1	1	1	1	1	2	1	1	1
89	4	1	1	-	1	1	1	-	2	1
	2	1	1	-	1	1	1	1	1	1
	1	1	1	-	1	1	1	2	1	1
96	4	1	1	1	1	3	5	1	2	2
	2	2	1	1	1	3	5	1	2	1
	1	1	1	1	1	1	5	1	2	1
	0,5	1	1	3	1	2	4	1	2	1
	0,25	1	1	1	1	1	2	1	2	1
97	4	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
98	1	1	1	2	1	1	5	1	1	2
	0,5	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	0,25	1	1	1	1	1	3	1	1	1
104	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	0,25	1	1	1	1	1	1	1	1	1
111	4	1	1	1	1	4	5	1	1	5
	2	1	1	1	1	4	5	1	1	3
	1	1	1	1	1	2	5	1	1	4
112	1	1	1	2	1	3	4	1	1	2
	0,5	1	1	2	1	1	2	1	1	3
	0,25	1	1	1	1	1	1	3	1	1
114	2	1	1	1	1	-	5	1	2	2
	1	1	1	-	1	1	4	1	2	3

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	0,5	1	1	-	1	1	4	1	3	1
	0,25	1	1	-	1	1	1	1	1	1
115	4	1	1	-	1	1	5	1	1	3
	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	1	1	1	-	1	1	1	1	1	1
116	2	1	1	2	1	4	3	1	2	4
	1	1	1	1	1	5	4	1	1	3
	0,5	1	1	1	1	2	2	1	1	1
	0,25	1	1	1	1	1	1	1	1	2
118	1	1	1	2	1	4	5	2	2	1
	0,5	1	1	1	1	4	4	2	2	1
	0,25	1	1	1	1	1	4	1	1	1
120	8	1	-	-	-	-	-	-	-	-
	4	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1
123	1	1	1	1	1	3	2	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	2	1	1	1
	0,25	1	1	1	1	1	1	1	1	1
124	1	1	1	1	1	1	4	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	1	1	1	1
125	1	1	1	3	1	2	4	1	3	4
	0,5	1	2	2	1	1	3	1	3	2
127	2	1	2	4	1	1	2	1	1	3
	1	1	1	2	1	1	1	1	1	3

Продолжение табл. 3

Соединение примера	Расход фунт/акр (1, 12 кг/га)	Ежовник	Марь белая	Росичка	Горчица	Щирца	Щетинник	Овсюг	Канатник	Дурман	Ипомея	Циния
1	1	5	5	5	5	5	5	3	4	5	3	5
	0,5	4	5	5	5	5	5	2	3	5	2	5
	0,25	4	5	5	5	5	4	1	2	5	2	3
3	1	4	5	4	3	4	1	1	3	1	1	2
	0,5	3	5	3	3	4	1	1	2	1	1	2
	0,25	1	4	1	2	5	1	1	2	1	1	2
4	1	1	5	1	4	5	1	1	1	4	1	5
	0,5	1	5	1	3	4	1	1	1	4	1	4
	0,25	1	5	1	2	3	2	1	1	3	1	1
5	4	2	5	1	2	5	1	1	1	3	1	1
	1	1	5	1	1	3	1	1	1	2	2	2
6	4	1	5	2	5	5	4	1	2	5	4	5
	2	1	5	1	3	5	1	1	1	4	1	5
	1	1	5	1	3	4	1	1	1	2	1	4
	0,5	1	5	1	3	2	1	1	2	1	1	3
	0,25	1	5	1	3	2	1	1	1	2	1	2
9	4	4	5	3	5	5	3	1	2	5	3	5
	1	3	5	3	5	5	2	1	1	4	2	4
	0,5	3	5	2	4	5	1	1	2	3	1	3
	0,125	1	5	1	1	5	1	1	1	1	1	1
11	4	1	3	1	4	3	2	1	1	2	1	2
	2	2	5	1	4	3	1	1	1	2	1	2
	1	1	4	1	3	2	1	1	1	1	1	1
13	4	3	5	3	2	3	2	1	1	1	1	1
	2	2	4	3	1	2	2	1	1	3	1	1

Продолжение табл. 3

Соединение при-мера	Расход фунт/акр (1,12 кг/га)	Ежов-ник	Марь-белая	Росич-ка	Гор-чица	Шири-ца	Шетин-ник	Ор-сюг	Канат-ник	Дур-ман	Ипо-мея	Ци-ния
	1	1	3	1	1	1	1	1	1	1	1	1
14	1	5	5	5	5	5	5	1	3	5	3	4
	0,5	3	5	3	4	3	4	1	2	3	2	4
	0,25	3	5	3	5	2	2	1	2	4	1	2
15	1	3	5	2	5	4	1	1	2	4	2	5
	0,5	1	5	2	4	3	1	1	2	2	1	2
	0,25	1	5	1	4	5	1	1	2	5	1	2
16	1	4	5	4	5	5	4	1	2	5	1	4
	0,5	2	5	1	4	5	1	1	1	5	1	2
	0,25	1	5	1	4	5	1	1	1	2	1	1
17	1	4	5	4	4	4	2	2	2	3	2	1
	0,5	3	5	4	5	5	2	2	3	2	2	1
	0,25	3	5	4	3	4	1	1	1	2	1	1
21	1	2	5	2	3	5	1	1	1	2	1	1
	0,5	1	5	1	1	2	1	1	1	1	1	1
	0,25	1	4	1	1	2	1	1	1	1	1	1
23	1	5	5	5	4	4	4	2	2	-	3	3
	0,5	4	5	3	3	3	3	2	3	-	1	2
	0,25	4	5	3	2	2	2	2	1	-	1	2
	0,125	1	5	4	2	5	3	1	2	2	2	4
24	1	1	5	1	3	4	1	1	1	3	1	4
	0,5	1	5	2	4	4	1	1	1	-	1	4
	0,25	1	5	2	3	5	2	1	1	-	1	4
26	4	1	5	2	4	3	1	1	1	1	1	2
	2	1	5	2	3	2	1	1	1	2	1	2
	1	1	2	2	3	1	1	1	1	1	1	2
27	4	2	5	1	5	5	2	1	2	4	2	5
	2	1	5	1	5	5	1	1	2	5	3	3

Продолжение табл. 3

Соединение примера	Расход фунт/акр (1,12 кг/га)	Ежовник	Марь белая	Росичка	Горчица	Щирца	Щетинник	Овсяг	Канатник	Дурман	Ипомея	Циния
	1	1	5	1	5	5	1	1	1	2	2	5
	0,5	1	5	1	3	4	1	1	2	3	1	4
29	1	4	5	4	3	4	3	2	3	2	1	2
	0,5	3	5	3	2	4	2	2	3	2	1	2
	0,25	3	4	3	2	3	1	2	2	1	1	1
31	1	2	4	2	2	3	1	1	1	3	1	1
	0,5	1	2	1	1	3	1	1	1	1	1	1
	0,25	1	1	1	2	2	1	1	1	1	1	1
33	2	1	4	1	2	3	2	1	1	1	1	1
	1	1	4	1	1	2	1	1	1	1	1	1
34	1	2	5	4	2	4	4	1	3	3	2	2
	0,5	2	5	4	2	3	1	1	1	1	2	3
35	1	1	5	1	1	4	1	1	2	1	1	1
	0,5	1	2	1	1	3	1	1	1	1	1	1
36	1	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1
	0,5	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
42	1	1	5	2	4	3	1	1	1	1	1	2
	0,5	1	5	1	1	3	1	1	1	1	1	3
43	4	1	5	3	1	4	2	1	1	1	1	1
	2	1	4	3	2	4	1	1	1	1	1	1
61	4	5	5	5	5	5	5	4	5	5	3	5
	0,5	3	5	4	4	5	4	1	2	4	2	3
	0,125	1	5	3	4	5	1	1	2	2	1	2
62	4	1	4	2	1	3	1	1	2	3	1	1
	2	1	2	2	1	2	1	1	1	2	1	1
	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
63	1	1	4	1	3	4	1	1	1	1	1	1

Продолжение табл. 3

Соединение при- мера	Расход фунт/акр (1,12 кг/га)	Ежов- ник	Марь- белая	Росич- ка	Гор- чица	Шири- ца	Щетин- ник	Ов- сюг	Канат- ник	Дур- ман	Ипо- мя	Ци- ния
	0,5	2	1	1	1	4	1	1	1	2	1	1
	0,25	1	1	1	1	4	1	1	1	1	1	1
64	4	2	5	1	3	4	2	1	1	3	2	4
	2	1	5	1	2	3	1	1	1	3	1	2
	1	1	3	2	3	3	1	1	2	1	1	1
66	4	5	5	5	5	5	5	2	4	5	3	3
	1	4	5	4	3	5	4	2	2	1	1	3
	0,5	4	5	4	4	4	4	2	3	5	2	2
	0,125	1	5	3	2	5	1	1	1	1	1	1
68	4	2	5	2	4	5	1	1	1	3	1	3
	2	1	5	1	3	3	1	1	1	2	1	2
	1	1	5	1	4	4	1	1	1	2	1	2
	0,5	1	5	1	2	4	1	1	1	1	1	2
73	4	3	5	4	5	5	2	2	1	5	2	4
	1	2	5	2	5	5	1	1	1	5	1	1
	0,5	1	5	1	3	5	1	1	1	3	1	1
74	1	3	5	3	3	5	2	3	3	4	2	1
	0,5	3	5	4	3	5	2	1	1	5	1	2
	0,25	2	5	1	2	5	1	1	1	4	1	1
76	1	5	5	5	5	5	4	2	2	4	2	3
	0,5	1	5	3	3	4	1	1	2	4	1	2
	0,25	1	4	1	3	2	1	1	1	3	1	1
83	1	2	5	1	3	5	1	1	1	5	1	3
	0,5	1	5	2	3	4	1	1	1	4	1	2
	0,25	1	5	2	2	3	1	1	1	1	1	1
89	4	1	4	1	2	3	1	1	1	-	1	1
	2	1	5	1	2	5	1	1	1	-	1	1

Продолжение табл. 3

Соединение при-мера	Расход фунт/акр (1, 12 кг/га)	Ежов-ник	Марь белая	Росич-ка	Гор-чица	Шири-ца	Щетин-ник	Ов-сюг	Канат-ник	Дур-ман	Ипо-мая	Ци-ния
96	1	1	1	1	1	4	1	1	1	-	1	1
	4	4	4	4	3	5	2	2	5	3	3	3
	2	4	3	4	3	4	2	2	2	2	1	2
	1	5	3	4	3	5	2	2	2	2	1	2
	0,5	3	5	3	4	4	2	2	2	3	2	2
97	0,25	1	4	1	2	3	1	1	1	3	1	2
	4	1	3	1	1	3	1	1	1	1	1	1
	2	1	2	1	1	3	1	1	1	1	1	1
98	1	1	1	1	1	3	1	1	1	1	1	1
	1	1	5	1	2	5	1	1	1	3	1	2
	0,5	1	5	2	2	4	1	1	1	3	1	2
104	0,25	1	4	1	2	2	1	1	1	1	1	2
	1	1	5	1	2	5	1	1	1	1	1	1
	0,5	1	3	1	1	3	1	1	1	1	1	1
111	0,25	1	2	1	1	3	1	1	2	1	1	1
	4	1	5	1	5	5	2	1	1	5	1	5
	2	1	5	1	5	5	1	1	1	5	1	2
112	1	1	5	1	5	5	1	1	1	4	1	1
	1	4	5	5	5	5	2	3	2	5	2	1
	0,5	4	5	1	2	5	1	1	1	1	1	1
114	0,25	2	5	3	3	5	1	2	1	3	1	1
	2	1	5	1	3	3	1	1	1	-	1	2
	1	1	5	1	3	5	1	2	1	-	1	2
115	0,5	1	4	1	2	3	1	1	1	2	1	2
	0,25	1	3	1	1	2	1	1	1	1	1	1
	4	2	5	2	1	3	3	1	1	-	1	1
	2	1	4	1	1	1	1	1	1	-	1	2
	1	1	3	1	2	1	1	1	1	-	1	1

Продолжение табл. 3

Соединение при- мера	Расход фунт/акр (1, 12 кг/га)	Ежов- ник	Марь белая	Росич- ка	Гор- чица	Шири- ца	Щетин- ник	Ов- сюг	Канат- ник	Дур- ман	Ипо- мея	Ши- ния
116	2	1	5	2	4	4	3	2	2	5	3	5
	1	1	3	3	3	3	1	1	1	-	1	2
	0,5	1	1	3	2	1	1	1	1	-	1	3
1	0,25	1	3	1	2	2	1	3	1	-	2	1
118	1	1	5	2	3	5	1	1	2	1	1	4
	0,5	1	5	1	2	5	1	1	1	1	1	1
	0,25	1	5	1	1	2	1	1	1	1	1	1
120	8	-	-	4	-	2	3	-	4	-	2	4
	4	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	2
	2	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1
123	1	1	5	1	4	5	1	1	1	1	1	1
	0,5	1	5	1	3	5	1	1	1	1	1	1
	0,25	1	3	1	1	2	1	1	1	1	1	1
124	1	3	5	1	3	5	1	1	1	1	1	1
	0,5	1	5	1	1	3	1	1	1	1	1	1
125	1	2	5	5	4	4	4	1	3	4	1	1
	0,5	1	5	3	3	5	4	1	1	1	1	1
127	2	4	4	4	4	4	2	1	1	3	1	1
	1	3	5	4	5	5	3	1	2	2	1	1

Как видно из таблиц, большинство предлагаемых соединений является мощными гербицидными агентами при нанесении их с низкими расходами на почву или поверхность растения в ходе пред- или послевсходовой обработки. Многие из соединений являются даже более мощными при нанесении на почву и введении в нее до высева семян культурных растений. Предпосевное введение особенно предпочтительно при использовании бензамида, который проявляет меньшую, чем желательная активность или избирательность при нанесении на поверхность. Например, соединение примера 52, а имен-

но N-[3-(1-метилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид, не способно 45 подавить рост томатов, росички кровяной или ширицы при нанесении пред- и послевсходовым путем с расходом 15 фунт/акр (16,8 кг/га). При нанесении соединения с расходом 15 фут/акр 50 (16,8 кг/га) и введении в почву до высева семян оно полностью подавляет рост томатов, дикой горчицы, и мари белой и проявляет значительную гербицидную активность в отношении 55 ширицы, сахарной свеклы и дурмана вонючего.

Гербицидную активность некоторых предлагаемых соединений определяют

после предпосевого введения производного бензамида. Оценку проводят путем составления препарата на основе подходящего количества испытуемого соединения в 2,5 мл 50%-ной смеси ацетона и этанола. Раствор разбавляют до 12,5 мл добавлением деионизованной воды. Подготовленное испытуемое соединение используют для опрыскивания пяти кварт просеянной, обработанной в автоклаве тепличной горшечной почвы. Испытуемое соединение вводят в почвенную смесь опрокидыванием смеси в модифицированной

бетономешалке. Обработанную почву переносят в тепличные горшки и высевают семена различных сорных и культурных растений. После высева горшки выдерживают в теплице с увлажнением через низ по мере надобности. Оценку поражения растений выполняют спустя 16 сут после обработки и высева, используя шкалу от 0 до 10, по которой 0 - отсутствие поражения, а 10 - уничтожение растения. Результаты изучения предпосевого введения в почву представлены в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

Соединение примера	Расход фунт/акр (1,12 кг/га)	Люцер-на	Щири-ца	Горчи-ца	Марь белая	Сахар-ная свекла	Томаты	Дурман
46	15	0	5	8	8	6	6	5
48	15	0	5	10	10	6	5	0
52	15	0	6	10	10	7	10	5
65	15	6	10	10	10	6	6	5
78	15	6	10	10	10	10	5	3
85	8	0	4	10	9	4	5	2
100	15	2	8	10	10	9	8	6
106	15	7	10	10	10	8	6	6
110	15	0	9	10	8	8	10	9
121	4	0	3	10	6	3	3	0
133	8	0	7	10	10	4	3	1
135	15	0	9	10	10	9	8	5
136	15	0	2	10	6	4	6	0

Некоторые из предлагаемых бензамидов оценивают в ряде полевых испытаний для определения эффективности, избирательности и толерантности культур. В типовом полевом испытании бензамиды наносят перед появлением всходов в виде водного спрея на почву, в которую высеяны зерна злаковых культур, где присутствуют сорные культуры, обычные для таких зерновых. Исследования предполагают использование произвольно выбранных блоков с четырь-

мя повторами. Наблюдения проводят в отношении силы зерновых культур, степени подавления сорняков, поражения культурных растений, появления всходов культурных растений и повреждении корней.

Однако такое полевое испытание проводили в Великобритании для определения эффективности и избирательности предпочтительных бензамидов при предвсходовом нанесении на почву, засеянную обычной пшеницей. Наблюдения

ния проводили спустя 25 сут после нанесения для определения силы обработанных пшеничных растений в сравнении с необработанным контролем, и для определения степени подавления различных сорных видов, обеспечиваемой бензамидами.

Результаты полевого испытания представлены в табл. 5. Данные, пред-

ставленные для силы культурного растения, относятся к сопоставлению обработанной пшеницы с необработанной; необработанный контроль принят за 100% силы. Показатели подавления сорной растительности приведены в процентах к контролю в сравнении с необработанными контрольными деланками, основываясь на визуальном осмотре.

Т а б л и ц а 5

Соединение	Расход, кг/га	Показатель силы культуры	Лисохвост (подавление)	Подмаренник цепкий (подавление)	Трехреберник непашучий (подавление)	Лядвенец (подавление)	Песчанка (подавление)
N-[3-(1-Этил-1-метил-бутил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид (пример 14)	0,25	96	40	20	100	91	100
	0,50	93	68	8	100	100	100
	0,75	96	53	5	100	100	100
	1,0	93	73	27	100	100	100
N-[3-(1-Метилц-клогексил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид (пример 17)	0,25	97	56	0	100	100	100
	0,50	98	59	3	100	100	100
	0,75	94	61	3	100	100	100
	1,0	93	54	5	100	100	100
N-[3-(1-Этилциклогексил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид (пример 19)	0,25	96	83	18	100	94	100
	0,50	97	55	28	100	98	100
	0,75	96	83	25	100	100	100
	1,0	93	84	63	100	100	100
N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид (пример 6)	1,0	96	60	10	100	83	100
N-[3-(1-Этил-1-метил-пропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид (пример 1)	1,0	92	66	93	100	100	100
Необработанный контроль		100	0	0	0	0	0

Полевое испытание проводили в Бразилии для оценки гербицидной активности и толерантности культурных растений к некоторым бензидамидам в сравнении с необработанным контролем и выпускаемыми промышленностью гербицидами трифлураллином и метрибузином. Гербициды наносили в виде водного спрея и заделывали

50 в почву до посева с использованием дискового плуга и бороны. На обработанные и необработанные деланки индивидуально высевали арахис, сою, хлопчатник и кукурузу. Наблюдения проводили спустя 16 и 36 сут после обработки. Обработанные деланки визуально сравнивали с необработанным контролем для определения процента

появления всходов культурных растений, процента поражения культурных растений, процента травостоя культу-

ры и процента повреждения корней. В приведенной табл. 6 дано влияние различных гербицидов на культурные растения.

Т а б л и ц а 6

Соединение примера	Расход, кг/га	Появление всходов культуры на 16-й день, %	Поражение культуры на 16-й день, %	Поражение культуры на 36-й день, %	Травостой на 16-й день, %	Повреждение корней, на 36-й день, %
1	2	3	4	5	6	7
Арахис						
1	0,13	93	7	17	101	0
	0,25	83	20	27	87	0
	0,50	70	37	37	82	40
	1,0	70	40	53	83	23
6	1,0	73	20	3	83	0
	2,0	83	13	13	90	10
28	0,13	83	20	13	92	0
	0,25	93	13	17	102	0
	0,50	83	17	20	92	0
	1,0	80	30	30	105	10
61	0,13	93	7	0	92	0
	0,25	87	13	13	98	0
	0,50	77	17	20	84	0
	1,0	67	37	40	80	28
Трифлуралин	0,96	80	27	20	80	0
Метрибузин	0,49	77	50	47	92	0
Необработанный контроль		100	0	0	100	0
Соя						
1	0,13	53	37	30	51	0
	0,25	43	47	33	42	0
	0,50	37	57	53	26	0

Продолжение табл. 6

1	2	3	4	5	6	7
	1,0	13	87	77	7	0
6	1,0	93	7	3	88	0
	2,0	97	0	0	103	0
28	0,13	87	10	10	81	0
	0,25	80	13	27	89	0
	0,50	60	40	27	46	0
	1,0	43	53	40	30	0
61	0,13	97	0	0	99	0
	0,25	87	17	13	77	0
	0,50	63	30	27	54	0
	1,0	37	60	47	31	0
Трифлуралин	0,96	73	30	17	60	0
Метрибузин	0,49	90	13	7	87	0
Необрабо- танный контроль		100	0	0	100	0
Хлопчатник						
1	0,13	83	17	17	96	0
	0,25	80	23	30	85	0
	0,50	70	33	30	80	0
	1,0	43	53	43	38	0
6	1,0	90	10	0	97	0
	2,0	87	13	3	104	0
28	0,13	97	3	0	112	0
	0,25	90	10	23	92	0
	0,50	80	27	13	97	0
	1,0	90	13	20	84	0
61	0,13	93	7	0	117	0

Продолжение табл. 6

1	2	3	4	5	6	7
	0,25	73	17	7	97	0
	0,50	90	17	7	94	0
	1,0	80	17	23	94	0
Трифлуралин	0,96	93	20	23	108	0
Метрибузин	0,49	37	73	67	24	0
Необрабо- танный контроль		100	0	0	100	0
Кукуруза						
1	0,13	93	30	27	86	0
	0,25	90	33	30	88	0
	0,50	87	43	37	89	0
	1,0	77	57	60	85	37
6	1,0	97	3	3	94	0
	2,0	93	13	3	90	3
28	0,13	97	7	10	94	0
	0,25	83	33	17	84	0
	0,50	90	13	20	79	0
	1,0	90	27	27	91	0
61	0,13	97	17	3	95	0
	0,25	93	13	7	95	0
	0,50	87	30	13	86	0
	1,0	90	40	30	83	0
Трифлуралин	0,96	77	47	37	74	3
Метрибузин	0,49	77	60	57	84	0
Необрабо- танный контроль		100	0	0	100	0

Полевое испытание проводили в Канаде для определения гербицидной эффективности и толерантности культур к различным бензамидам по отдельности и в комбинации с выпускаемым промышленностью гербицидом трифлураллином. Гербициды наносили в виде водного спрея, а делянки поля использовали для посева ячменя на зерно и различных сорных видов, после чего гербициды заделывали в почву с использованием шлейф-бороны. Показатели поражения культуры определяли визуально по шкале от 0 до 10, где 0 - отсут-

ствие поражения, а 10 - уничтожение растения. Все наблюдения делали спустя 26 сут после посева и обработки, за исключением данных по выходу культур в урожае, которые определяли спустя 84 дня после обработки. Процент подавления сорной растительности различных видов, встречающихся в зерновых культурах, таких как ячмень, определяли визуальным сравнением с необработанными контрольными делянками.

Результаты полевых испытаний представлены в табл. 7.

Т а б л и ц а 7

Соединение примера	Расход, кг/га	Повреждение культуры	Урожайность культуры, %	Степень подавления горчицы полевой	Степень подавления щирицы колосистой	Степень подавления мари белой	Степень подавления гречихи
1	2	3	4	5	6	7	8
Ячмень							
Трифлураллин	0,7	0	119	0	95	40	0
Контроль		0	100	0	0	0	0
6	1,1	0	143	95	85	40	20
	2,2	0	111	95	95	75	0
6+трифлураллин	1,1+0,7	0	119	90	95	40	0
	1,68+0,7	0	107	90	95	40	0
	2,2+0,7	0	99	100	95	70	20
27	1,1	0	147	100	90	50	20
	2,2	0	87	100	95	75	0
27+трифлураллин	0,56+0,7	0	123	95	90	20	0
	1,1+0,7	0	107	95	90	50	0
	1,68+0,7	0	135	100	95	40	0
	2,2+0,7	0	107	95	95	40	10
28	1,1	0	107	100	70	45	10
	2,2	0	103	100	95	75	0

Продолжение табл. 7

1	2	3	4	5	6	7	8
28+трифлуралин	0,56+0,7	0	119	95	95	40	0
	1,1+0,7	0	111	95	75	50	0
	1,68+0,7	0	139	95	95	50	0
	2,2+0,7	0	119	100	95	40	10
101	1,1	0	111	95	80	30	0
	2,2	0	111	95	95	70	0
101+трифлуралин	0,56+0,7	0	119	95	90	40	0
	1,1+0,7	0	119	85	95	75	0
	1,68+0,7	0	131	95	95	50	0
	2,2+0,7	0	123	95	95	40	10

На основе предлагаемых соединений готовят следующие гербицидные композиции.

Пример 168. Смачиваемый порошок.

Ингредиент	Концентрация, вес. %
N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-5-изоксазол-2,6-диметоксибензамид (пример 1)]	50
Игепал СА-630 - неионогенный смачивающий агент - полиоксиэтиленоктилфенол производства фирмы "ГАФ Корпорейшн"	5
Глина (Барденс)	45
Бензамидный гербицид смешивают до получения однородной массы со вспомогательными веществами и размалывают до образования свободнотекущего порошка, который в дальнейшем смачивают и суспендируют в воде на месте употребления для образования пригодной для опрыскивания смеси.	40
Состав разбрызгивают там, где требуется подавление растительности, в таком объеме, чтобы активный ингредиент наносился в количестве 0,1-2 фунта на акр (0,1-2,2 кг/га).	
Пример 169. Смачиваемый порошок.	

Ингредиент	Концентрация, вес. %
N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-триазазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид (пример 61)	50
Степанол ME - техническая марка лаурилсульфата натрия фирмы "Степан Кемикл Корп"	4
Реакс 45L-лигносульфонатный диспергатор фирмы "Уэсвако Корпорейшн"	6
Зеолекс-7 - осажденный гидратированный силикат фирмы "Дж.М.Хубер Корпорейшн"	2
Глина (Барден) - гидратированный силикат алюминия фирмы "Дж.М.Хубер Корпорейшн"	38

Ингредиенты смешивают и распыляют с получением свободнотекучего порошка, который может быть суспендирован для удобства опрыскивания. Водный спрей наносят в количестве 5-50

галлонов на акр (9,3 л/га) при расходе 1-5 фунтов активного бензамида на акр (1,1-5,5 кг/га).

Пример 170. Водная суспензия

Ингредиент

Концентрация, вес. %

N-[3-(1,1-Диметилэтил)-5-изоксазоллил]-2,6-диметоксибензамид (пример 6)

43

Полифон Н - анионный лигносульфонатный смачивающий агент и диспергатор, "Уэствако Корпорейшн"

4

Мин-у-гел 200 - гелеобразующий агент типа глины фирмы "Флоридин Компани"

2

Антифоум С фирмы "Дау Корнинг корп."

0,05

Вода

50,95

Ингредиенты смешивают и тонко измельчают до однородной массы с получением суспензии активного ингредиента. Суспензию разбавляют допол-

20 нительной порцией воды и применяют для опрыскивания.

Пример 171. Гранулированный состав.

Ингредиент

Концентрация, вес. %

N-[5-(1,1-Диметил-2-(метилтио)-этил-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид (пример 64)

5

Тяжелая ароматическая нефтя

5

Флорекс 30/60 - гранулированная глина фирмы "Флоридин Компани"

90

Бензамид растворяют в тяжелой ароматической нефти и распыляют на глину в виде однородных гранул размером в идеальном случае около 1,0 мм<sup>3</sup>, предпочтительно в диапазоне 30/60.

35 Гранулированный состав наносят на поверхность почвы так, чтобы концентрация активного ингредиента была 3-10 фунтов на акр (3,3-11,2 кг/га).

Пример 172. Дуст.

Ингредиент

Концентрация, вес. %

N-[3-(1-Этил-1-метилпропил)-1Н-пиразол-5-ил]-2,6-диметоксибензамид (пример 115)

5

Диатомит - диатомовая земля фирмы "Уитко Кемикл корп.", отделение неорганических спецпрепаратов

95

Бензамидный гербицид смешивают в сухом виде с диатомитным разбавителем. Смесь размалывают с получением тонкого порошка, имеющего однородный размер частиц (10-40 мкм). При использовании более концентрированной смеси (например 30-50%-ного активного ингредиента) состав можно разбавлять дополнительной индифферентной средой, такой как окись

50 кремния или глина, на месте употребления. Полученный таким путем дуст наносят на поверхность с помощью традиционного наземного оборудования в тех местах поверхности почвы, где требуется контроль растительности, или при необходимости дуст может быть нанесен с самолета и т.п.

55 Пример 173. Композиция для смешивания в баке.

## Ингредиент

## Концентрация, вес. %

N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-4Н-1,2,4-триазол-3-ил]-2,6-диметоксибензамид (пример 118)  
50%-ный смачиваемый порошок

60

N,N-Диэтил-2,6-динитро-3-амино-4-трифторметиланилин (динитрамин). Эмульгированный концентрат, 2 фунта/галлон

40

Смачиваемый порошок, содержащий 50 вес. % бензамида примера 118, диспергируют в воде, и смесь перемешивают во время добавления водной суспензии эмульгируемого концентрата (2 фунта на галлон) динитроанилинового гербицида. Результирующую смесь смешивают и опрыскивают на поверхность почвы и заделывают в ней при расходе 1 фунт бензамида на акр (1,1 кг/га) и 0,67 фунта динитроанилина на акр

10

15

(0,75 кг/га). Почва затем может быть засеяна соей и т.п., и культура выращивается, по существу, в отсутствие нежелательной растительности, такой, как росичка кровяная, просо, портулак и т.п. Урожайность и качество целевой культуры тем самым существенно повышается.

Пример 174. Композиция для смешивания в баке.

## Ингредиент

## Концентрация, вес. %

N-[5-(1-Этил-1-метилпропил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диэтилбензамид (пример 63),  
50%-ный смачиваемый порошок

50

N,N-Ди-н-пропил-2,6-динитро-3-амино-4-трифторметиланилин (продиамин), 50%-ный смачиваемый порошок

50

50%-ный смачиваемый порошок бензамида смешивают с водной суспензией 50%-ного смачиваемого порошка продиамина. Смесь перемешивают и опрыскивают ею почву там, где требуется контроль сорной растительности. Расход составляет около 30 галлонов на акр так, чтобы активный ингреди-

30

ент применялся в количестве 0,75 фунтов на акр (0,84 кг/га). Смесь предпочтительно заделывают в почву, например с помощью дисковой бороны, а затем высаживают хлопчатник, сою, сахарную свеклу и т.п.

Пример 175. Композиция для смешивания в баке.

## Ингредиент

## Концентрация, вес. %

N-[5-(1-Пропилциклогексил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-2,6-диметоксибензамид (пример 105),  
30 вес. % смачиваемый порошок

30

N,N-Ди-н-пропил-2,6-динитро-4-трифторметиланилин (трифлуралин) 4%-ный эмульгированный концентрат

70

30%-ный смачиваемый порошок бензамида примера 105 диспергируют в воде и перемешивают в ходе порционного добавления эмульгируемого концентрата трифлуралина (4 фунта на галлон). Смешиваемую в баке водную смесь распыляют на почву и заделывают для подавления роста песчанки, кохии, щиры, поташника, мари белой и т.п. Обработанная почва может быть засеяна зерновыми, например, пшеницей, рожью, овсом, ячменем и т.п. Указанные культуры могут расти, по существу, без наличия сорной растительности.

45

50

55

Пример 176. Применение в сочетании.

Трифлуралин в виде эмульгируемого концентрата (4 фунта на галлон) применяют для предпосевной обработки почвы. Трифлуралин при расходе 0,5 фунта на акр заделывают в почву с использованием двойной дисковой бороны. В почву высевают сою, и после этого 50%-ный смачиваемый порошок N-[3-(1,1-диметилэтил)-5-изоксазол-2,6-диметоксибензамида (соединение примера 6) суспендируют в воде и наносят на поверхность засеянной почвы. Расход активного бенза-

мида 1,5 фунта на акр. Обработка позволяет выращивать сою без нежелательного роста сорняков, таких как марь белая, щирица и т.п.

Особенно предпочтительно использовать бензамид примера 1, а именно N-[3-(1-этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид. Это соединение особенно эффективно при использовании в сочетании с другими гербицидами, такими как трифлуралин при подавлении нежелательной растительности при выращивании зерновых, таких как ячмень и т.п.

Предлагаемые бензамиды эффективны также для подавления нежелательной растительности, такой как широколистные сорняки, во фруктовых садах и древесных питомниках. Соединения проявляют превосходную избирательную гербицидную активность по отношению к цитрусовым, таким как апельсиновые и лимонные деревья. Соединения весьма полезны также для подавления сорняков в виноградниках, а также при выращивании сельскохозяйственных культур, таких как сахарная свекла. Соединения характеризуются также активностью как регуляторы роста растений, например они способствуют повышению урожая зерна и т.п., а также некоторой активностью в качестве гербицидов для заводняемых полей.

Как видно из представленных данных, новые производные N-арилбензамида формулы I проявляют широкий

спектр гербицидной активности. Некоторые из них характеризуются инсектицидной активностью. Кроме того, производные бензамида формулы I проявляют более высокую гербицидную активность при пред- и послевсходовой обработке семян, чем их близкие аналоги по структуре и действию - производные м-феноксибензамида (табл. 2).

Бензамиды формулы I весьма эффективны для уничтожения и подавления роста таких сорняков, как ежовник, петушье просо, марь белая, щетинник желтый, просо, горец выющийся, росичка кровяная, горчица, щирица, дурнишник, канатник Теофраста, дурман вонючий, ипомея, амброзия, цинния и ряда других растений, которые представляют собой сорную и травянистую растительность. Хотя соединения формулы I токсичны для таких сорных растений, они не оказывают нежелательного влияния на рост культурных растений, таких как зерновые, например, пшеница, овес, ячмень и рис. Соединения формулы I могут также использоваться для борьбы с сорными растениями при выращивании кукурузы, сои, арахиса, хлопчатника.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет получить новые производные N-арилбензамида, проявляющие более высокую гербицидную активность, чем известные производные м-феноксибензамида.

Составитель Н. Капитанова

Редактор Н. Егорова

Техред Л. Мартяшова

Корректор С. Шекмар

Заказ 3855/58

Тираж 384

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4