



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

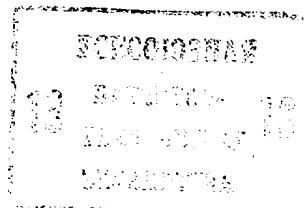
(19) **SU** (11) **1440324** **A3**

(5D) 4 A 01 N 37/10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ



- (21) 3903107/23-05
(22) 17.05.85
(31) 100061/1984; 100062/1984;
100063/1984; 102372/1984
(32) 18.05.84; 21.05.84
(33) JP
(46) 23.11.88. Бюл. № 43
(71) Асахи Касеи Когии Кабусики
Кайся (JP)
(72) Есихару Хаяси и Хироюки
Коудзи (JP)
(53) 632.954.2(088.8)
(56) Патент США № 3928416,
кл. 260-471P, опублик. 1975.

(54) ГЕРБИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ
(57) Изобретение относится к хими-
ческим средствам борьбы с сорной и
нежелательной растительностью. Изоб-
режение позволяет поражать на 60-
100% сорные растения - росичку кро-
вяную, амарант, горец, камыш, кури-
ное просо, не затрагивая культурные
растения (рис, соя, кукурузу) за
счет использования гербицидной компо-

зиции, содержащей, мас. %: активное
вещество общей формулы $2-Cl-4-CF_3-O-$
 $-C_6H_3-4'-NO_2-5-CH_2C(O)R$, где R -
 OR_1, SR_2 или NR_3R_4 ; $R_1 - CH_2CH_2Cl$,
 $CH_2CH_2OCH_3$, $CH_2CH_2OC_2H_5$, $CH_2CH_2SCH_2CH-$
 $-CH_2$, $CH_2CH_2OC(O)CH_3$; $CH(COOCH_3)CH_3$;
 $CH(COOC_2H_5)CH_3$; $CH(COOC_3H_7)CH_3$;
 $CH(COOC_2H_5CH_2-CH_2)CH_3$, $CH(COOC_2H_5C\equiv$
 $\equiv CH)CH_3$; CH_2CH-CH_2 , CH_2CN , $CH_2C(O)C_2H_5$,
 $CH_2CH=CHCl$, CH_2COOCH_3 , $CH_2COOC_2H_5$,
 $CH_2COOCH_2CH=CH_2$, $CH_2COOCH_2C\equiv CH$,
 $CH_2CONHCH_3$; $R_2 - CH_3$, C_2H_5 , $i - C_3H_7$;
 $CH_2CH=CH_2$, $CH_2COOC_2H_5$; $R_3 - H$, C_2H_5 ,
 $i - C_3H_7$, $n - C_4H_9$, $n - C_7H_{15}$, CH_2CN , CH_2O , $CH_2CH=CH_2$,
 $CH_2CH_2OCH_3$, $CH_2CH_2OC_2H_5$, $CH_2CH(OH)CH_2CH_3$,
 CH_2CH_2Cl ; $R_4 - H$, CH_3 , C_2H_5 , при ус-
ловии, что если $R_1 - CH_3$, то $R_3 -$
 CH_3O , а если $R_3 - C_2H_5$, то $R_4 - H$
или C_2H_5 , 5-30; поверхностно-актив-
ное вещество 10-50; растворитель
40-85. Аналогичный гербицид - мати-
ловый эфир 2-нитро-5-(2-хлор-4-три-
фтометилфенокси)фенилуксусной кисло-
ты повреждает культурные растения на
10-60%. 5 табл.

(19) **SU** (11) **1440324** **A3**

Изобретение относится к химическим средствам борьбы с сорной нежелательной растительностью.

Цель изобретения - повышение избирательности действия гербицидной композиции на основе производных дифенилового эфира.

В табл. 1 представлены активные вещества гербицидной композиции, ее конкретные формы и примеры, иллюстрирующие эффективность этой композиции в сравнении с известными гербицидами.

Пример 1. Получение S-этил-2-нитро-5-(2'-хлор-4'-трифторметилфенокси)фенилтиоацетата (соединение 2).

К 15 г ангидрида уксусной кислоты добавляют 1,9 г S-этил-3-(2'-хлор-4'-трифторметилфенокси)фенилтиоацетата, охлаждают смесь до -10°C и добавляют 1,5 г нитрата меди в течение 5 мин. После этого реакцию продолжают при -10°C течение 1 ч и при комнатной температуре в течение 3 ч, смесь выливают на лед, добавляют 200 мл эфира, нейтрализуют водным раствором гидроокиси натрия, подкисляют раствором соляной кислоты, отделяют эфирный слой, промывают его водой, высушивают над безводным сульфатом натрия, выпаривают эфир, полученный продукт очищают хроматографией (коллонка с силикагелем, растворитель толуол+ацетон).

Пример 2. Получение N-метил-N-метокси-2-нитро-5-(2'-хлор-4'-трифторметилфенокси)фенилацетамида.

0,9 г N,0-диметилгидроксиламина и 1,5 г триэтиламина растворяют в 20 мл N,N-диметилацетамида при 5°C с последующим добавлением 3,5 г 3-(2'-хлор-4'-трифторметилфенокси)фенилацетилхлорида. Реакцию проводят 1 ч при 5°C и 3 ч при комнатной температуре. После окончания реакции к смеси добавляют 50 мл воды и экстрагируют 30 мл эфира. Эфирный слой промывают разбавленным раствором соляной кислоты и водой, высушивают над сульфатом натрия, выпаривают эфир и получают продукт.

В условиях примеров 1 и 2 получают и другие соединения, представленные в табл. 1.

Гербицидная композиция может применяться в следующих формах (содержание компонентов дано в мас.%).

Композиция I.

Активное вещество 10

Поверхностно-активное вещество:

полиоксиэтиленаллиловый эфир 30
полиоксиэтиленалкилфениловый эфир 7
аддукт касторового масла и окиси этилена 3

Растворитель:

ксилол 40
циклогексанон 10

Композиция II.

Активное вещество 10

Поверхностно-активное вещество:

полиоксиэтиленалкилфениловый эфир 27
аддукт касторового масла и окиси этилена 3

Растворитель:

ксилол 54
N-метилпирролидон-2 6

Композиция III.

Активное вещество 10

Поверхностно-активное вещество:

полиоксиэтиленалкиламинный эфир 30
полиоксиэтиленалкилфениловый эфир 7
аддукт касторового масла и окиси этилена 3

Растворитель:

ксилол 25
метилэтилкетон 25

Композиция IV.

Активное вещество 10

Поверхностно-активное вещество:

машинное масло 40
полиоксиэтиленалкилфениловый эфир 7
аддукт касторового масла и окиси этилена 3

Растворитель:

ксилол 36
циклогексанон 4

Композиция V.

Активное вещество 20

Поверхностно-активное вещество:

полиоксиэтилендиалкиловый эфир 20

Растворитель:

ксилол 30
циклогексанон 30

Композиция VI.

Активное вещество 30

Поверхностно-активное вещество:		
смесь полиоксиэтилена, стирилфенилового эфира, поли(стирилфенилового эфира)	10	
алкилаллилсульфонат	6	
ксилол	4	
Растворитель:		
метилэтилкетон	25	
ксилол	25	
Композиция VII.		
Активное вещество	10	
Поверхностно-активное вещество:		
натриевая соль алкил-бетаина	10	
полиоксиэтиленалкил-фениловый эфир	7	
аддукт касторового масла и окиси этилена	3	
Растворитель:		
солвессо 150 (на основе ароматического углеводорода)	56	
циклогексанон	14	
Композиция VIII.		
Активное вещество	5	
Поверхностно-активное вещество:		
смесь полиоксиэтилена, стирилфенилового эфира и поли(стирилфенилового эфира)	5	
алкилаллилсульфонат	3	
ксилол	2	
Растворитель:		
н-бутанол	45	
ксилол	40	
Пример 3. Послевсходовое применение.		
Семена опытных растений высевают в специальные горшки, наполненные почвой, выращивают растения до фазы 2-3 листьев и обрабатывают их композициями из расчета 0,3 кг активного вещества на гектар. Через 14 дней после обработки оценивают степень воздействия на сорные растения, а через 30 дней - степень воздействия на культурные растения (сою и кукурузу) по следующей шкале оценки: 0 - отсутствие эффекта, 1 - 20% поражения, 2 - 40% поражения, 3 - 60% поражения, 4 - 80% поражения и 5 - полная гибель растений.	45	
Данные о гербицидном эффекте при послевсходовой обработки (доза ак-	50	
	55	

тивного вещества 0,3 кг/га) представлены в табл. 2.

Пример 4. Послевсходовое применение.

5 Специальные горшки наполняют землей рисового поля и высаживают в них сеянцы риса в фазе распускания 3 листьев на глубину 2-3 см от поверхности почвы. Семена сорных растений смешивают с сухой почвой рисового поля и внедряют в почву опытных сосудов.

10 Когда растения куриного проса достигают фазы распускания 0,5-1 листа горшки обрабатывают композицией VIII из расчета 0,15-0,6 кг/га активного вещества. Шкала оценки аналогичная. Для сравнения используют известный гербицид - метиловый эфир 2-нитро-5-(2'-хлор-4'-трифторметилфенокси) фенилуксусной кислоты (соединение А).

20 Данные о гербицидном эффекте при послевсходовом применении представлены в табл. 3.

25 Пример 5. Довсходовое применение.

30 Специальные горшки наполняют почвой рисового поля и внедряют в нее семена сорных растений, смешанные с сухой почвой. Сюда же сажают клубни стрелолиста и плоской осоки. После этого горшки обрабатывают композицией VIII из расчета 0,15-0,6 кг/га активного вещества, а затем через 3 дня подсаживают сеянцы риса в фазе распускания 3 листьев. Оценку гербицидного действия и фитотоксичность проводят через 15 дней после обработки. Шкала оценки аналогичная.

40 Данные о гербицидном эффекте при довсходовом применении представлены в табл. 4.

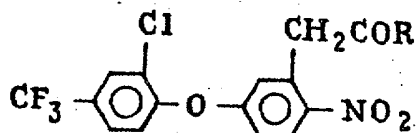
Пример 6. Семена опытных растений высевают в специальные горшки с горной почвой и обрабатывают их до всхода растений (через 24 ч после высадки семян) и после всхода растений (когда растения достигли фазы 2-3 листьев) композицией VIII из расчета 0,3 кг/га активного вещества.

Оценку гербицидного действия проводят через 14 дней после обработки, а оценку фитотоксичности через 30 дней после обработки. Шкала оценки аналогичная.

Данные о гербицидном эффекте (фитотоксичность при дозе 0,3 кг/га активного вещества) представлены в табл. 5.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Гербицидная композиция, содержащая активное вещество - производное дифенилового эфира, поверхностно-активное вещество и растворитель, отличающаяся тем, что, с целью повышения избирательности действия, она содержит активное вещество - производное дифенилового эфира общей формулы



где R - группы OR_1 , SR_2 или NR_3R_4 ;

R_1 - 2-хлорэтил, 2-метоксиэтил, 2-этоксиэтил, 2-аллилтиозил, 2-ацетилоксиэтил, 1-метоксикарбонилэтил, 1-этоксикарбонилэтил, 1-изопропоксикарбонилэтил, 1-аллилоксикарбонилэтил, 1-пропаргилоксикарбонилэтил, аллил, цианометил, ацетилметил, 3-хлораллил, метоксикарбонилметил, этоксикарбонилметил, аллилоксикарбонилметил, пропаргилоксикарбонилметил, N-метиламинокарбонилметил, 1-изопропоксикарбонилэтил, 1-аллилоксикарбонилэтил;

R_2 - метил, этил, изопропил, аллил, этоксикарбонилметил;

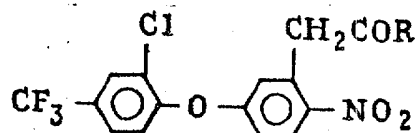
R_3 - водород, этил, изобутил, гептил, цианометил, метокси, аллил, 2-метоксиэтил, 2-этоксизтил, 2-оксибутил, 2-хлорэтил;

R_4 - водород, метил, этил, при условии, что если R_4 - метил, то R_3 - метокси, а если R_3 - этил, то R_4 - водород или этил;

поверхностно-активное вещество, выбранное из группы полиоксиэтилена, эфиров полиоксиэтилена, аддукта касторового масла и окиси этилена, машинного масла, стирилфенилового эфира, поли(стирилфенилового)эфира, ксилола, алкилаллилсульфоната, натриевой соли алкилбетаина или их сочетания, растворитель, выбранный из группы ароматического углеводорода, циклогексанона, n-бутанола, метилэтилкетона, N-метилпирролидона-2 или их сочетания, при следующем содержании ингредиентов, мас. %:

Активное вещество	5-30
Поверхностно-активное вещество	10-50
Растворитель	40-85
Приоритет по признакам:	
18.05.84 при R - OR_1 или SR_2 .	
21.05.84 при R - NR_3R_4 .	

Т а б л и ц а 1



Соединение	R	Температура плавления, °C, и данные ЯМР-спектра
1	2	3
1	Метилтио	2,30 (с, 3H); 4,20 (с, 2H); 6,77-8,70 (м, 6H)
2	Этилтио	82,5-84,2
3	Изопропилтио	102-104
4	Аллилтио	3,53(g, 2H); 4,20(с, 2H); 4,90-6,00 (м, 3H); 6,80-8,27 (м, 6H)

Продолжение табл. 1

1	2	3
5	Аллилокси	70,6-70,9
6	2-Метоксиэтилокси	71,9-72,5
7	2-Этоксиэтилокси	40,9-41,6
8	2-Аллилтиозэтилокси	2,33(м, 2Н); 3,07 (г, 2Н); 3,97(м, 2Н); 4,23 (м, 2Н); 4,87 (м, 2Н); 4,87-5,97 (м, 3Н); 6,00-8,23 (м, 6Н)
9	2-Хлорэтилокси	84,1-84,9
10	2-Ацетоксиэтилокси	2,05 (с, 3Н); 4,00 (с, 2Н); 4,23 (с, 4Н); 6,60-8,16(м, 6Н)
11	Цианометилокси	115,7-116,4
12	Ацетилметилокси	103,4-103,7
13	3-Хлораллилокси	4,00(с, 2Н); 4,5-5,98 (м, 2Н); 5,70-6,50 (м, 2Н); 6,80-8,33 (м, 6Н)
14	Метоксикарбонил-метилокси	79,2-80,1
15	Этоксикарбонил-метилокси	1,27(м, 3Н); 4,10(0, 2Н); 4,16 (к, 2Н); 4,60(с, 2Н); 6,73-8,23 (м, 6Н)
16	Аллилоксикарбонил-метилокси	4,07(с, 2Н); 4,57(с, 2Н); 4,43-6,33 (м, 5Н); 6,70-8,20 (м, 6Н)
17	Пропаргилоксикарбонилметилокси	2,50(м, 1Н); 4,12(с, 2Н); 4,56-4,77 (м, 4Н); 6,70-8,03 (м, 6Н)
18	Метиламинокарбонилметилокси	3,70(с, 3Н); 4,03(с, 2Н); 4,56(с, 2Н); 6,70-8,20 (м, 6Н)
19	Этоксикарбонил-метилтио	n_D^{26} 1,5578
20	1-Метоксикарбонил-этилокси	72,1-72,9

Продолжение табл. 1

1	2	3
21	1-Этоксикарбонил-этилокси	52-52,6
22	1-Изопропилокси-карбонилэтилокси	48,3-48,7
23	1-Аллилоксикарбонилэтилокси	1,50(г, 3Н); 4,06(с, 2Н); 4,60(г, 2Н); 4,93-6,30 (м, 3Н); 6,76-8,26 (м, 6Н)
24	1-Пропаргилокси-карбонилэтилокси	1,50(г, 3Н); 1,47(м, 1Н); 4,06(с, 2Н); 4,77(г, 2Н); 5,09(к, 1Н); 6,76-8,30 (м, 6Н)
25	Амино	145,5-146,5
26	Этиламино	188,7-189,3
27	Изобутиламино	159,7-160,5
28	Гептиламино	133-134
29	2-Оксибутиламино	144,8-145,6
30	2-Метоксиэтиламино	137,5-138,5
31	Аллиламино	174-175
32	Диэтиламино	117-118
33	Цианометиламино	152,6-153,5
34	2-Хлорэтиламино	145,4-146,3
35	2-Этоксиэтиламино	124,6-125,5
36	п-метокси-п-метил-амино	134-135

Т а б л и ц а 2

Активное вещество	Композиция	Росичка кровяная	Ширица синеватая	Горец	Соя	Кукуруза
1	VIII	2	5	4	0	0
1	I	2	5	5	1	0
6	VIII	3	5	5	0	0
6	I	4	5	5	1	0
6	II	2	4	5	0	1
6	III	3	5	5	0	0
6	IV	3	5	4	1	1
6	VI	3	5	5	0	1
6	VII	3	5	4	1	0
21	VIII	4	5	5	0	0
21	I	5	5	5	1	1
21	IV	3	5	5	1	0
21	V	5	5	5	0	0

Т а б л и ц а 3

Соединение	Доза, кг/га	Воздействие на сорные растения				Фитотоксичность для риса
		Куриное просо	Монохория	Широколистные сорняки	Камыш	
2	0,3	5	5	5	5	0
	0,15	5	4	5	4	0
3	0,3	5	5	5	5	0
	0,15	4	3	5	2	0
4	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	4	5	3	0
6	0,3	5	5	5	5	0
	0,15	5	5	5	5	0

Продолжение табл.3

Соединение	Доза, кг/га	Воздействие на сорные растения				Фитотоксич- ность для риса
		Куриное просо	Монохория	Широко- листные сорняки	Камыш	
7	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	5	5	5	0
8	0,3	5	4	5	4	0
	0,15	4	3	5	2	0
9	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	4	5	4	0
10	0,3	5	5	5	5	0
	0,15	5	4	5	4	0
13	0,3	5	5	5	4	1
	0,15	5	4	5	3	0
14	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	4	5	4	0
15	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	4	5	4	0
16	0,3	5	5	5	5	0
	0,15	5	5	5	4	0
17	0,3	5	5	5	5	0
	0,15	5	4	5	4	0
18	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	4	5	4	0
19	0,3	5	5	5	4	0
	0,15	5	4	5	3	0
20	0,3	5	5	5	5	0
	0,15	5	5	5	5	0

Продолжение табл.3

Соединение	Доза, кг/га	Воздействие на сорные растения				Фитотоксич- ность для риса
		Куриное просо	Монохория	Широко- листные сорняки	Камыш	
21	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	5	5	5	0
24	0,3	5	5	5	5	1
	0,15	5	5	5	4	0
25	0,6	5	5	5	5	0
	0,3	4	5	5	5	0
26	0,6	5	5	5	5	0
	0,3	5	5	5	4	0
27	0,6	4	4	5	4	0
	0,3	2	2	5	2	0
28	0,6	4	4	5	4	0
	0,3	2	2	5	3	0
31	0,6	5	5	5	5	0
	0,3	4	5	5	4	0
32	0,6	5	5	5	4	0
	0,3	3	2	3	2	0
33	0,6	5	5	5	5	0
	0,3	5	5	5	4	0
35	0,6	5	5	5	5	0
	0,3	5	5	5	5	0
36	0,6	5	5	5	5	0
	0,3	5	5	5	4	0
A	0,3	5	5	5	5	3
	0,15	5	4	5	4	2

Т а б л и ц а 4

Соединение	Доза, кг/га	Воздействие на сорные растения						Фитотоксичность для риса
		Куриное просо	Монохория	Широколистные сорняки	Камыш	Стреловидный лист	Осока	
25	0,6	5	5	5	5	3	5	1
	0,3	5	4	5	5	2	4	0
	0,15	4	4	4	4	1	3	0
26	0,6	5	5	5	5	4	5	0
	0,3	5	5	5	5	2	5	0
	0,15	4	5	5	4	1	4	0
30	0,6	5	5	5	5	5	5	0
	0,3	5	5	5	5	4	4	0
	0,15	4	5	5	4	3	3	0
А	0,6	5	5	5	5	3	5	3
	0,3	5	5	5	5	3	4	2
	0,15	4	4	4	4	2	3	2

Т а б л и ц а 5

Соединение	Предвсходовое применение					Послевсходовое применение				
	Росичка кровавая	Амарант	Горец	Соя	Кукуруза	Росичка кровавая	Амарант	Горец	Соя	Кукуруза
1	2	5	4	0	0	2	5	4	0	0
4	2	5	4	0	0	2	5	3	0	0
5	1	5	5	0	0	3	5	4	1	1
6	3	5	5	0	0	3	5	5	0	0
7	4	5	5	0	0	3	5	5	1	1
9	3	5	5	0	0	3	5	5	1	0
10	3	5	5	0	0	2	5	5	1	0
11	4	5	5	0	0	3	5	5	1	0

Продолжение табл.5

Соединение	Предвсходовое применение					Послевсходовое применение				
	Росичка квя- ная	Амарант	Горец	Соя	Кукуруза	Росичка квя- ная	Амарант	Горец	Соя	Кукуруза
12	3	5	5	0	0	3	5	4	1	0
13	3	5	5	0	0	3	5	5	1	0
15	3	4	4	0	0	3	5	5	1	0
19	3	4	3	0	0	3	5	4	0	0
20	4	5	4	0	0	4	5	5	0	0
21	4	5	5	0	0	4	5	5	0	0
22	3	4	3	0	0	3	5	5	0	0
23	4	5	4	0	0	4	5	5	1	0
29	3	5	5	0	0	3	5	5	1	0
33	3	5	5	0	0	4	5	5	0	0
34	3	5	5	0	0	3	5	5	1	0
35	4	5	5	0	0	4	5	5	1	0
36	3	5	5	0	0	3	5	5	0	0
A	3	5	5	1	1	3	5	5	2	1

Редактор Н.Бобкова Составитель Р.Стрельцов
 Техред Л.Сердюкова Корректор В.Романенко

Заказ 6090/57

Тираж 455

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проктная, 4