

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

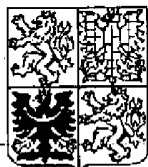
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

1563-98

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚRAD
PRŮMYSLŮVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **23. 09. 97**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **24.09.96**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **96/026556**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14. 10. 98**
(Věstník č. 10/98)

(86) PCT číslo: **PCT/US97/16867**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 98/13367**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁶:

C 07 D 471/04

C 07 D 487/04

C 07 D 213/71

A 01 N 43/90

// (C 07 D 471/04,
C 07 D 249:00, C 07 D 221:00)

(71) Přihlašovatel:

DOW AGROSCIENCES LLC, Indianapolis,
IN, US;

(72) Původce:

Johnson Timothy C., Indianapolis, IN, US;

Ash Mary L., Zionsville, IN, US;

Ehr Robert J., Indianapolis, IN, US;

Johnston Richard D., Greenfield, IN, US;

Kleschick William A., Indianapolis, IN, US;

Martin Timothy P., Indianapolis, IN, US;

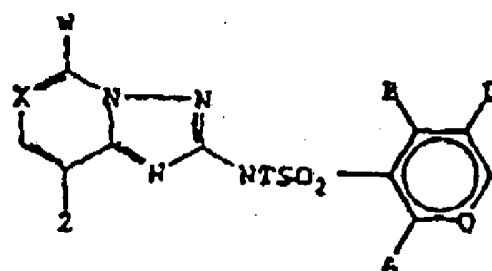
Mann Richard K., Franklin, IN, US;

Pobanz Mark A., Indianapolis, IN, US;

Van Heertum John C., Indianapolis, IN, US;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1,
Praha 4, 14000;



(54) Název přihlášky vynálezu:

**N-([2,2,4]triazoloaziny)benzensulfonami-
dové a pyridinsulfonamidové sloučeniny
a jejich použití**

(57) Anotace:

N-/triazoloaziny/arylsulfonamidové sloučeniny obecného vzorce I, jako je 2,6-dimethoxy-N-/8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl/benzensulfonamid, 2-methoxy-4-/trifluormethyl-/N-/5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl/pyridin-3-sulfonamid a 2-methoxy-6-methoxy-karbonyl-N-/5,8-dimethoxy [1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl/ benzensulfonamid se připraví z příslušně substituovaných 2-amino[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinových a 2-amino[1,2,4]-triazolo[1,5-a]pyridinových sloučenin a příslušně substituovaných benzensulfonylchloridových a pyridin-3-sulfonylchloridových sloučenin. Tyto sloučeniny jsou užitečné jako herbicidy.

CZ 1563-98 A3

N-([1,2,4]triazoloaziny)benzensulfonamidové a pyridinsulfonamidové sloučeniny a jejich použití jako herbicidy

Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká substituovaných benzensulfonamidových a pyridinsulfonamidových sloučenin, herbicidních prostředků obsahujících tyto sloučeniny a použití těchto sloučenin pro regulaci nežádoucí vegetace.

Dosavadní stav techniky

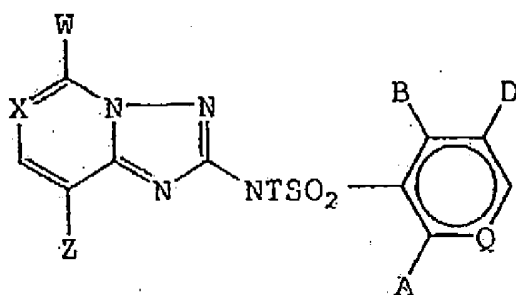
Regulace nežádoucí vegetace chemickými činidly, tj. herbicidy je důležitým aspektem moderního zemědělství a péče o půdu. I když je známo mnoho chemikálií, které jsou užitečné pro regulaci nežádoucí vegetace, jsou žádoucí nové sloučeniny, které jsou obecně účinnější, jsou účinnější na specifické druhy rostlin, méně poškozují žádoucí vegetaci, jsou bezpečné pro člověka nebo prostředí, jejich použití je levnější nebo mají jiné výhodné vlastnosti.

Jsou známy četné substituované benzensulfonamidové sloučeniny a některé z nich vykazují herbicidní účinnost. Například některé N-([1,2,4]triazolo[1,5-a]pyrimidin-2-yl)-benzensulfonamidové sloučeniny a jejich herbicidní účinnost jsou popsány v US patentu 4 638 075 a některé N-([1,2,4]triazolo[1,3,5]triazin-2-yl)benzensulfonamidové sloučeniny jsou popsány v US patentu 4 685 958. Některé N-fenyl arylsulfonamidové sloučeniny jsou rovněž známy a je známo, že vykazují herbicidní účinnost. Například některé N-(substituovaný fenyl)[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-sulfonamidové sloučeniny jsou popsány v US patentu 5 163 995 a některé N-(substituovaný fenyl)[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-sulfonamidové sloučeniny jsou popsány v US patentu 5 571 775, vydaný 5. listopadu 1996.

Bylo zjištěno, že některé nové N-(triazoloazinyl)-arylsulfonamidové sloučeniny zahrnující N-([1,2,4]triazolo-[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamidové, N-([1,2,4]triazolo-[1,5-c]pyrimidin-2-yl)pyridinsulfonamidové, N-([1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)benzensulfonamidové a N-([1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)pyridinsulfonamidové sloučeniny jsou silnými herbicidy pro regulaci nežádoucí vegetace při preemergentní a postemergentní aplikaci. Řada z nich má žádoucí selektivitu pro cenné plodiny a mají příznivé toxikologické a ekologické vlastnosti.

Podstata vynálezu

Vynález zahrnuje N-(triazoloazinyl)sulfonamidové sloučeniny obecného vzorce I



kde

X znamená N nebo C-Y;

W znamená O(C₁-C₃ alkyl), Cl, Br, F nebo H;

Y znamená H, OCH₃, F, Cl, Br, J, nebo CH₃, případně substituovaný až třemi atomy fluoru;

Z znamená O(C₁-C₃ alkyl), H, F, Cl, Br, I, S(C₁-C₃ alkyl) nebo CH₃, případně substituovaný až třemi atomy fluoru, s tím, že alespoň jeden ze symbolů W a Z znamená O(C₁-C₃ alkyl);

Q znamená C-H nebo N;

A znamená F, Cl, Br nebo I, nebo CO₂(C₁-C₄ alkyl) nebo znamená C₁-C₃ alkyl, O(C₁-C₄ alkyl), O(C₃-C₄ alkenyl), O(C₃-C₄ alkynyl) nebo S(C₁-C₃ alkyl), přičemž každý je

případně substituován jednou skupinou $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, $S(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, atomem chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru nebo znamená

2-methyl-1,3-dioxolan-2-ylovou část když Q znamená N, H;

B znamená H, F, Cl, Br, I, NO_2 , CN, $CO_2(C_1-C_4 \text{ alkyl})$, $NH(C_1-C_3 \text{ alkyl})$ nebo $N(C_1-C_3)alkyl_2$ nebo znamená $O(C_1-C_4 \text{ alkyl})$, $O(C_3-C_4 \text{ alkenyl})$, $O(C_3-C_4 \text{ alkynyl})$, $C_1-C_3 \text{ alkyl}$, $S(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, $SO(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, $SO_2(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, $S(C_3-C_4 \text{ alkenyl})$, $SO(C_3-C_4 \text{ alkenyl})$, $SO_2(C_3-C_4 \text{ alkenyl})$, $S(C_3-C_4 \text{ alkynyl})$, $SO(C_3-C_4 \text{ alkynyl})$, nebo $SO_2(C_3-C_4 \text{ alkynyl})$, přičemž každý je případně substituován jednou skupinou $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, $S(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, atomem chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru, s tím, že A a B neznamenaají současně H;

D znamená H, F, Cl, Br, I, $C_1-C_3 \text{ alkyl}$, OCH_3 , OC_2H_5 , CH_2F , CHF_2 nebo CF_3 ; nebo B a D společně znamenají skupinu vzorce $O-CH_2-O$, případně substituovanou jednou nebo dvěma F nebo CH_3 ;

T znamená H, SO_2R , $C(O)R$, $C(O)OR$, $C(O)NR'_2$ nebo $CH_2CH_2C(O)OR$;

R znamená $C_1-C_4 \text{ alkyl}$, $C_3-C_4 \text{ alkenyl}$ nebo $C_3-C_4 \text{ alkynyl}$, přičemž každý případně obsahuje do dvou atomů chloru, bromu, skupin $O(C_1-C_4)alkyl$ nebo fenylových substituentů a až do maximálního možného počtu atomů fluoru; a R' znamená H, $C_1-C_4 \text{ alkyl}$, $C_3-C_4 \text{ alkenyl}$ nebo $C_3-C_4 \text{ alkynyl}$; a když T znamená H, jejich zemědělsky přijatelné soli.

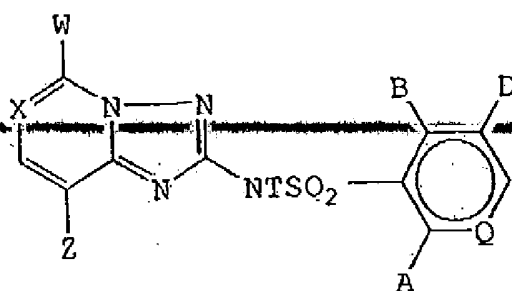
Sloučeniny, kde X znamená N nebo CH a sloučeniny, kde Q znamená N nebo CH patří mezi výhodně sloučeniny podle vynálezu. Řada z výhodných sloučenin podle vynálezu obsahuje methoxy substituent v 5- poloze (W) a methoxy substituent nebo halogénový substituent v 8-poloze (Z) triazoloazinového kruhu. Některé z výhodných sloučenin dále obsahují ortho methoxy substituent (A nebo B) v kombinaci s různými substituenty v jiných ortho polohách (A nebo B) a vodík v meta poloze; ortho methoxy substituent (A) v kombinaci s

atomem vodíku nebo meta methylový substituent nebo chlorový substituent (D) a žádný další substituent v ortho poloze (B);
a ortho trifluormethylový substituent (B) v kombinaci s řadou různých substituentů v jiné ortho poloze (A) a atom vodíku v meta poloze.

Vynález dále zahrnuje prostředky obsahující herbicidní množství sloučenin obecného vzorce I ve směsi s jedním nebo více zemědělsky přijatelnou pomocnou látkou nebo nosičem a použití sloučenin obecného vzorce I jako herbicidů. Obecně je výhodné použití vhodných sloučenin podle vynálezu k dosažení celkové regulace vegetace nebo selektivní regulace plevelů v pšenici, rýži a řepce olejné. Mohou být regulovány jak travnaté, tak širokolisté plevele. Obecně je výhodná postemergentní aplikace sloučenin podle vynálezu na nežádoucí vegetaci.

N-(triazoloaziny)arylsulfonamidové sloučeniny podle vynálezu mohou být obecně popsány jako substituované N-([1,2,4]-triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamidy, N-([1,2,4]-triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)pyridin-3-sulfonamidy, N-([1,2,4]-triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)benzensulfonamidy a N-([1,2,4]-triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)pyridin-3-sulfonamidy. Mohou být charakterizovány jako substituované benzensulfonamidy a pyridin-3-sulfonamidy, obsahující na amidovém atomu dusíku substituovanou [1,2,4]triazolo[1,5-c]-pyrimidin-2-ylovou nebo substituovanou [1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-ylovou část.

Herbicidní sloučeniny podle vynálezu jsou N-(triazoloaziny)arylsulfonamidové sloučeniny obecného vzorce I:



Sloučeniny podle vynálezu zahrnují sloučeniny obecného vzorce I, kde X znamená N nebo C-Y (kde Y znamená vodík, halogen, methoxy nebo methyl, případně substituovaný až do tří atomů fluoru). Sloučeniny, kde X znamená N jsou často výhodné. Nicméně, sloučeniny, kde X znamená C-H jsou někdy výhodné. Sloučeniny podle vynálezu zahrnují sloučeniny obecného vzorce I, kde Q znamená N nebo C-H. Každá z těchto dvou možností je někdy výhodná. Při mnoha okolnostech, jsou výhodné sloučeniny kde X znamená N a Q znamená C-H, ale při jiných okolnostech jsou výhodné sloučeniny, kde jak X tak Q znamenají N. Na druhé straně jsou výhodné sloučeniny, kde X znamená C-Y a Q znamená C-H.

Triazoloazinový kruh sloučenin obecného vzorce I je alespoň monosubstituovaný. Sloučeniny podle vynálezu zahrnují

ty sloučeniny, kde W znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, cyklopropoxy, fluor, chlor, brom nebo vodík a kde Z znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, cyklopropoxy, methylthio, ethylthio, 1-methylethylthio, cyklopropylthio, vodík, fluor, chlor, brom, jod nebo methyl, případně substituovaný až třemi atomy fluoru, s tím, že alespoň jeden ze symbolů W a Z znamená jednu ze

specifikovaných alkoxylových částí. Sloučeniny, kde jeden ze symbolů W a Z znamená alkoxy, ostatní znamenají fluor, chlor, brom, methyl, methoxy nebo ethoxy a X znamená N nebo C-H jsou často výhodné. Ty sloučeniny, kde jeden nebo oba ze symbolů W a Z znamenají methoxyskupinu jsou často výhodnější.

Sloučeniny obecného vzorce I, kde W znamená methoxy a Z znamená methoxy, chlor nebo brom jsou často výhodnější. Takové sloučeniny, kde X znamená N jsou někdy zvlášť zajímavé, jako jsou takové sloučeniny, kde X znamená C-H a Z znamená specificky methoxy.

Sloučeniny obecného vzorce I, kde Q znamená C-H zahrnují sloučeniny, kde A znamená halogen nebo (C_1-C_4 alkoxy)karbonyl nebo znamená C_1-C_3 alkyl, C_1-C_4 alkoxy, C_3-C_4 alkenoxy, C_3-C_4 alkiny nebo C_1-C_3 alkylthio, přičemž každý je případně substituován jednou C_1-C_3 alkoxy, C_1-C_3 alkylthio, chlorem, bromem nebo kyanoskupinou nebo až do maximálního počtu atomů fluoru. A může také znamenat 2-methyl-1,3-dioxolan-2-ylou část. Jestliže Q znamená N, sloučenina obecného vzorce I také zahrnuje ty sloučeniny, kde X znamená vodík. Často jsou výhodné methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy, 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxy, trifluormethoxyskupiny, chlor a fluor. Často jsou výhodnější methoxy, ethoxy, propoxy nebo 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy a 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxyskupiny. Zvlášť zajímavá je někdy methoxyskupina.

Sloučeniny obecného vzorce I dále zahrnují ty sloučeniny, kde B znamená vodík, halogen, nitro, kyano, $(C_1-C_4 \text{ alkoxy})$ karbonyl, C_1-C_3 alkylamino nebo $di(C_1-C_3 \text{ alkyl})$ aminoskupinu nebo znamená C_1-C_3 alkyl, C_1-C_4 alkoxy, C_3-C_4 alkenoxy, C_3-C_4 alkinoxy, C_1-C_3 alkylthio, C_1-C_3 alkansulfinyl, C_1-C_3 alkansulfonyl, C_3-C_4 alkenylthio, C_3-C_4 alkensulfinyl, C_3-C_4 alkensulfonyl, C_3-C_4 alkinylthio, C_3-C_4 alkinsulfinyl nebo C_3-C_4 alkinsulfonylovou skupinu, kde každá skupina může být případně substituována jednou C_1-C_3 alkoxy nebo C_1-C_3 alkylthioskupinou, chlorem, bromem nebo kyanoskupinou nebo až maximálního možného počtu atomů fluoru. Sloučeniny, kde Q znamená N a oba symboly A a B znamenají vodík jsou vyloučeny. Tak jestliže Q znamená N nebo C-H, alespoň jeden ze symbolů A a B znamená substituent jiný než vodík. Vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, methylthio, methyl, trifluormethyl, trifluormethoxyskupina, fluor, chlor a methoxykarbonyl jsou často výhodné B substituenty. Vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, trifluormethyl, fluor, chlor nebo methoxykarbonyl jsou typicky výhodnější, jestliže Q znamená C-H a vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, trifluormethyl a methoxykarbonyl jsou výhodnější když Q znamená N. Methoxyskupina a trifluormethylová skupina jsou často nezávisle B substituenty, které jsou zvláště zajímavé.

Sloučeniny podle vynálezu ještě dále zahrnují ty sloučeniny, kde D znamená vodík, halogen, methyl, ethyl, 1-methylethyl, propyl, propoxy, methoxy, ethoxyskupinu, fluormethyl, difluormethyl nebo trifluormethyl. Dále zahrnují sloučeniny, kde B a D společně znamenají methylendioxylový fragment, případně substituovaný jedním nebo dvěma atomy fluoru nebo methylskupinami. Sloučeniny, kde D znamená vodík, fluor, brom, chlor nebo methylová skupina jsou typicky výhodné. Sloučeniny, kde D znamená vodík, chlor nebo methyl jsou často výhodnější když Q znamená C-H, zatímco ty

sloučeniny, kde D znamená vodík nebo methyl jsou výhodnější když Q znamená N.

Sloučeniny obecného vzorce I, kde A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy, 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxy, trifluormethoxyskupinu, chlor nebo fluor; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, methylthio, methyl, trifluormethyl, trifluormethoxyskupinu, fluor, chlor nebo methoxykarbonylskupinu; a D znamená vodík, fluor, chlor, brom nebo methyl jsou často výhodné. Ty sloučeniny, kde B znamená methoxy a D znamená vodík; kde A znamená methoxy a D znamená vodík; methyl nebo chlor; a kde B znamená trifluormethyl a D znamená vodík jsou často zvláště výhodné.

Sloučeniny obecného vzorce I, kde Q znamená C-H a jeden nebo oba ze symbolů B a D znamenají vodík jsou často výhodné. Sloučeniny, kde Q znamená C-H a A znamená methoxy, ethoxy, propoxy nebo 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy nebo 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxyskupinu; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, trifluormethyl, fluor, chlor nebo methoxykarbonyl; a D znamená vodík, chlor nebo methyl jsou často výhodnější. Ty sloučeniny, kde D znamená vodík a kterýkoliv ze symbolů A a B znamená methoxyskupinu nebo A znamená methoxyskupinu a B znamená trifluormethyl nebo methoxykarbonyl jsou někdy sledovány nezávisle. Sloučeniny, kde Q znamená C-H a A znamená methoxy, ethoxy, propoxy nebo 1-methylethoxy, B znamená vodík; a D znamená chlor nebo methyl jsou někdy výhodné.

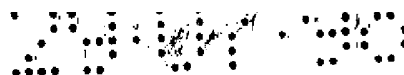
Sloučeniny obecného vzorce I, kde Q znamená N a A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy,

methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy nebo 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxyskupinu; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxyskupinu, trifluormethyl nebo methoxykarbonyl, a D znamená vodík nebo methyl jsou typicky výhodné. Sloučeniny, kde B znamená trifluormethyl a A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy nebo 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxyskupinu; a D znamená vodík jsou typicky výhodnější.

Sloučeniny obecného vzorce I zahrnují ty sloučeniny, kde T znamená vodík, alkylsulfonylovou skupinu (SO_2R), acylovou skupinu ($\text{C}(\text{O})\text{R}$), alkoxykarbonylovou skupinu ($\text{C}(\text{O})\text{OR}$), aminokarbonylovou skupinu ($\text{C}(\text{O})\text{NR}'_2$) nebo 2-(alkoxykarbonyl)ethylovou skupinu ($\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{O})\text{OR}$), kde R znamená $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkyl, $\text{C}_3\text{-C}_4$ alkenyl nebo $\text{C}_3\text{-C}_4$ alkinyl, každý případně obsahuje do dvou atomů chloru, bromu, $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkoxy skupin nebo fenylových skupin jako substituentů a do maximálního možného počtu atomů chloru a R' znamená H, $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkyl, $\text{C}_3\text{-C}_4$ alkenyl nebo $\text{C}_3\text{-C}_4$ alkinyl. Takové sloučeniny, kde T znamená vodík jsou výhodné. Vynález dále zahrnuje zemědělsky přijatelné soli sloučenin obecného vzorce I, kde T znamená vodík.

Sloučeniny obecného vzorce I, z nichž každá poskytuje kombinaci výhodných, výhodnějších a nejvýhodnějších žádoucích substituentů a substituentů speciálního zájmu jsou pokládány za důležité provedení vynálezu.

Pojem alkyl, alkenyl a alkinyl (včetně modifikovaných, jako haloalkyl a alkoxy), jak se zde používá zahrnuje skupiny s přímým řetězcem, s rozvětveným řetězcem a cyklické skupiny. Typickými alkylovými skupinami jsou methyl, ethyl, 1-methylethyl, propyl, 1,1-dimethylethyl a cyklopropyl. Methyl a ethyl jsou často výhodné. Alkylové skupiny jsou

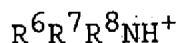


někdy uváděny jako normální (n), iso (i) nebo sekundární (s).
Typický alkyl s až maximálním možným počtem atomů fluoru
zahrnuje trifluormethyl, monofluormethyl,

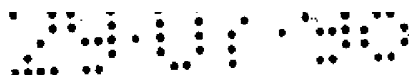
~~2,2,2-trifluorethyl, 2,3-difluorpropyl apod., trifluormethyl~~
je často výhodný. Termín halogen zahrnuje fluor, chlor, brom
a jod.

Pojem "zemědělsky přijatelné soli" se zde používá k
označení sloučenin, v nichž je kyselý sulfamidový proton
sloučeniny obecného vzorce I nahrazen kationtem, který sám
není ani herbicidní pro plodiny, u kterých se používá, ani
není významně škodlivý pro uživatele, prostředí nebo
konečného uživatele jakékoliv plodiny, která byla ošetřena.

Mezi vhodné kationty patří například kationty, které jsou
odvozeny od alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin, a
kationty, které jsou odvozeny od amoniaku a aminů. Mezi
výhodné kationty patří sodný, draselný a hořečnatý kation a
amoniové kationty obecného vzorce



kde R^6 , R^7 a R^8 znamenají nezávisle na sobě atom vodíku nebo
alkylovou skupinu s 1 až 12 atomy uhlíku, cykloalkylovou
skupinu se 3 až 12 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 3
až 12 atomy uhlíku, přičemž každá z těchto skupin je případně
sustituována jednou nebo více hydroxylovými skupinami,
alkoxyskupinami s 1 až 8 atomy uhlíku, alkylthioskupinami s 1
až 8 atomy uhlíku nebo fenylovými skupinami s tím, že R^6 , R^7 a
 R^8 jsou stericky slučitelné. Jakékoliv dvě ze skupin R^6 , R^7 a
 R^8 mohou spolu dohromady znamenat alifatickou difunkční
skupinu s 1 až 12 atomy uhlíku a až dvěma atomy kyslíku nebo
síry. Soli sloučenin obecného vzorce I se mohou připravit
reakcí sloučenin obecného vzorce I, kde V znamená atom
vodíku, s hydroxidem kovu, jako je hydroxid sodný, hydroxid
draselný nebo hydroxid hořečnatý nebo amin, jako je amoniak,
trimethylamin, hydroxyethylamin, bisallylamin,



2-butoxyethylamin, morfolin, cyklodecylamin nebo benzylamin.

Sloučeniny uvedené v tabulce I jsou příklady sloučenin podle vynálezu. Některé ze specificky výhodných sloučenin obecného vzorce I, které se liší v závislosti na druzích plevelů které mají být regulovány, přítomné obilovině (je-li nějaká přítomna) a ostatních faktorech zahrnují následující sloučeniny uvedené v tabulce 1: 1, 2, 10, 13, 14, 15, 18, 21, 23, 26, 27, 28, 32, 34, 36, 37, 38, 39, 41, 43, 46, 50, 52, 53, 54, 55, 60, 63, 65, 77, 80, 81, 92, 95, 96, 98, 105, 106, 109, 120, 122, 126, 139, 142, 167, 177, 184, 185, 187, 188, 190, 194, 195, 203, 208, 210 a 220. Následující sloučeniny jsou někdy výhodnější: 2-methoxy-6-(trifluormethyl)-N-(8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 34), 2,6-dimethoxy-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 36), 2-methoxy-6-methoxykarbonyl-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 98), 2-methoxy-5-methyl-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 105), 5-chlor-2-methoxy-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 106) a 2-methoxy-6-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)pyridin-3-sulfonamid (sloučenina 142), 2-(2-fluorethoxy)-6-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 167), 2-(2-chlorethoxy)-6-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 203), 2-(2,2-difluorethoxy)-6-trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 190) a 2-(1-fluormethyl-2-fluorethoxy)-6-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid (sloučenina 187).

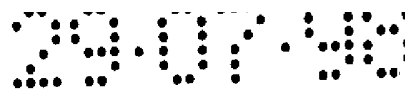
9	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CF ₃	H	H	bílý prášek	189-191	39,9 43,3	3,09 3,22	17,9 16,5
10	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	H	hnědý prášek	231-233	46,0 46,2	4,14 4,00	19,2 19,0
11	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CH ₃	H	H	bílý prášek	188-191	48,1 49,0	4,33 4,28	20,1 19,3
12	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCF ₃	H	H	bílý prášek	179-181	40,1 39,8	2,88 2,65	16,7 16,7
13	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	H	H	bílý prášek	224-226	47,5 47,1	4,52 4,67	18,5 18,5
14	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (n)	H	H	hnědý prášek	222-224	48,9 48,8	4,87 4,93	17,8 17,6
15	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (i)	H	H	hnědý prášek	172-174	48,9 48,9	4,87 5,09	17,8 17,6
16	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCF ₂ CF ₂ H	H	H	bílý prášek	155-157	39,9 39,8	2,90 2,73	15,5 15,2
17	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	SCH ₃	H	H	bílý prášek	213-215	44,1 43,8	3,96 4,17	18,4 18,1
18	N	OCH ₃	I	H	C-H	OCH ₃	H	H	bílý prášek	219-220(r)	33,9 33,9	2,62 2,71	15,2 14,6
19	N	OCH ₃	Br	H	C-H	OCH ₃	H	H	bílý prášek	217-219(r)	37,7 37,8	2,92 2,91	16,9 17,0
20	N	OCH ₃	H	H	C-H	Cl	Cl	H	hnědý prášek	225-226			
21	N	OCH ₃	F	H	C-H	Cl	Cl	H	hnědý prášek	211-212(r)	36,7 34,8	2,06 2,08	17,9 17,2
22	N	OCH ₃	F	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	hnědý prášek	220-223	39,9 40,3	2,63 2,95	16,6 17,0
23	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	hnědý prášek	219-221(r)	38,6 38,6	2,74 2,81	17,3 17,4
24	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	CH ₃	H	bílý prášek	221-223(r)	43,8 43,9	3,68 3,75	18,3 18,0

25	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	F	F	H	bílý prášek	214-215 (r)	42,1 42,2	2,99 3,08	18,9 18,6
26	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	Cl	H	bílý prášek	223-225	42,1 42,2	3,53 3,18	17,5 17,5
27	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	F	H	bílá hmota	239-240 (r)	43,9 43,4	3,68 4,05	18,3 16,4
28	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	238-240 (p)	41,6 41,5	3,26 3,20	16,2 16,3
29	N	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	C-H	Cl	Cl	H	bílý prášek	217-218	40,2 40,1	3,13 3,13	16,7 16,8
30	N	OCH ₃	I	H	C-H	Cl	Cl	H	hnědý prášek	210-212 (r)	28,8 28,8	1,61 1,51	14,0 13,9
31	N	OCH ₃	Br	H	C-H	Cl	Cl	H	bílý prášek	224-225 (r)	31,8 32,0	1,78 1,74	15,5 15,3
32	N	OCH ₃	CH ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	bílý prášek	218-220	40,2 40,0	2,86 3,22	18,0 16,3
33	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	Cl	Cl	H	bílý prášek	214-216 (r)	35,3 35,3	1,97 1,93	17,1 16,8
34	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	214-215	38,4 38,3	2,53 2,82	16,0 16,0
35	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	H	růžový prášek	237-238	47,5 47,2	4,52 4,72	18,5 18,4
36	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	hnědá hmota	239-241	45,6 45,7	4,33 4,19	17,7 16,6
37	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	žlutá hmota	216-218	42,1 42,2	3,53 3,62	17,5 17,1
38	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	SCH ₃	H	hnědá hmota	232-234	43,8 43,0	4,16 4,11	17,0 16,4
39	N	OCH ₃	Br	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	231-233 (r)	34,9 34,6	14,5 14,3	2,30 2,17
40	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	CF ₃	H	hnědá hmota	228-230	38,4 38,5	2,53 2,51	16,0 15,7

41	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CH ₃	H	fialová hmota	235-237	47,5 47,1	4,52 5,03	18,5 18,4
42	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H	bílý prášek	208-210	38,5 38,6	2,15 2,36	15,0 14,8
43	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₂ H ₅ (i)	CF ₃	H	hnědý prášek	210-213 (r)	41,3 41,1	3,25 3,57	15,0 14,7
44	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₂ H ₅	CF ₃	H	bílý prášek	212-213	39,9 39,9	2,90 2,88	15,5 15,4
45	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₂ H ₅ (n)	CF ₃	H	žlutý prášek	182-184	41,3 40,7	3,25 3,25	15,0 14,8
46	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₂ H ₅ CF ₃	CF ₃	H	hnědý prášek	202-203	35,6 35,7	1,99 1,94	13,9 13,1
47	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	F	CF ₃	H	hnědá hmota	201-203	39,9 39,8	2,63 2,46	16,6 16,3
48	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	SCH ₃	CF ₃	H	bílá hmota	127-129	40,1 40,1	3,14 3,11	15,6 15,2
49	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	F	H	šedá hmota	111-113	40,3 40,1	2,86 2,96	18,1 17,9
50	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	růžová hmota	233-234 (r)	46,9 46,5	4,68 4,87	17,1 15,9
51	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	NO ₂	H	hnědá hmota	225-228 (r)	41,0 38,8	3,33 3,60	20,5 19,1
52	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	CF ₃	H	bílý prášek	232-234 (r)	43,0 42,9	3,60 3,51	15,7 15,7
53	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	bílé tyčinky	215-217	45,4 44,7	4,05 3,96	16,5 16,2
54	N	OCH ₃	F	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	hnědá hmota	219-220	43,9 44,1	3,68 3,92	18,3 18,0
55	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	Br	H	hnědá hmota	226-228	37,9 37,8	3,18 3,39	15,8 15,8
56	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	hnědá hmota	220-222	42,1 42,1	3,30 3,28	16,4 15,9

57	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CO ₂ C ₃ H ₇ (i)	H	hnědá hmota	228-230	47,9	4,69	15,5
58	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CO ₂ C ₂ H ₅	H	bílá hmota	215-217	47,9	4,89	15,8
59	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H	bílá hmota	211-213 (r)	46,7	4,38	16,0
60	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₃ H ₇ (n)	H	bílá hmota	197-199 (r)	46,2	3,70	14,4
61	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	CF ₃	CF ₃	H	hnědá hmota	204-206 (r)	48,2	5,00	16,5
62	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H	bílá hmota	200-202 (r)	48,2	4,87	16,7
63	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	219-221	48,1	5,22	16,5
64	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	Cl	CO ₂ CH ₃	H	hnědý prášek	>270	48,6	4,94	16,1
65	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	230-232 (r)	38,2	2,35	14,9
66	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	234-236	38,2	2,03	14,7
67	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	222-224	42,1	3,30	16,4
68	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	224-227	42,2	3,20	16,2
69	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	34,2	2,87	14,3
70	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	193-195 (r)	34,6	2,92	14,2
71	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	158-159 (r)	46,0	4,14	19,2
72	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	211-213	46,0	4,10	19,2
73	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	222-224	43,0	3,60	15,7
74	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	224-227	42,4	3,60	15,1
75	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	47,5	4,52	18,5
76	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	47,0	4,87	16,4
77	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	40,6	3,86	15,8
78	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	41,0	3,90	15,5
79	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	50,6	5,58	15,5
80	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	50,7	5,48	15,4
81	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	50,6	5,58	15,5
82	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	50,3	5,51	15,5
83	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	46,9	4,68	17,1
84	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	hnědá hmota	267-269	46,8	4,68	16,9

73	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	CH ₃	H	bílá hmota	188-190	47,2 47,2	4,21 3,95	17,2 17,1
74	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OC ₃ H ₇ (i)	H	bílá hmota	204-205	48,2 47,7	5,00 5,01	16,5 16,3
75	N	OCH ₃	I	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	hnědý prášek	235-236 (r)	31,8 31,6	2,10 2,06	13,2 12,4
76	N	OCH ₃	I	H	C-H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	bílá hmota	215-217 (r)			
77	N	OCH ₃	Br	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílá hmota	229-231 (r)	37,9 37,8	3,18 3,38	15,8 15,5
78	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	OCH ₂ OCH ₃	H	hnědá hmota	148-150 (r)	44,8 44,3	4,65 4,58	15,4 15,0
79	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	F	CO ₂ CH ₃	H	bílá hmota	209-211	43,8 43,9	3,43 3,43	17,0 16,9
80	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCF ₃	H	bílá hmota	213-215 (r)	40,1 39,9	3,14 3,54	15,6 15,6
81	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₂ OCH ₃	H	bílá hmota	201-203 (r)	45,2 45,3	4,50 4,49	16,5 16,0
82	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	OCH ₂ OCH ₃	H	hnědá hmota	152-155 (r)	41,9 41,7	3,75 3,80	16,3 15,7
83	N	OCH ₃	Cl	COCH ₃	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	224-225	40,1 40,1	2,73 2,83	14,6 14,5
84	N	OCH ₃	Cl	SO ₂ CH ₃	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	241-242 (r)	34,9 35,4	2,54 2,74	13,6 12,9
85	N	OCH ₃	Cl	CO ₂ C ₂ H ₅	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	230-232 (r)	40,1 39,3	2,97 2,99	13,7 13,1
86	C-CH ₃	H	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílá hmota	274-276 (r)	50,8 50,3	4,79 4,90	14,8 14,9
87	C-H	H	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílá hmota	279-281 (r)	49,5 49,4	4,43 4,42	15,4 15,3
88	C-H	H	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	hnědá hmota	257-259 (r)	44,8 44,5	3,26 3,27	13,9 14,0



89	C - CH ₃	H	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CF ₃	H	téměř bílá hmota	261-263 (r)	46,2 46,3	3,63 3,57	13,5 13,5
90	C - H	H	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	bílá hmota	278-280 (r)	49,0 48,8	4,11 4,06	14,3 14,4
91	C - CH ₃	H	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	bílá hmota	253-257 (r)	50,2 50,2	4,46 4,37	13,8 13,6
92	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	fialová hmota	233-235 (r)	48,7 48,8	4,60 4,57	14,2 14,2
93	C - H	OCH ₃	Cl	H	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	téměř bílá hmota	248-249 (r)	45,2 44,3	3,79 3,58	14,1 13,7
94	C - H	Cl	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílá hmota	252-254 (r)	45,2 45,2	3,79 3,80	14,1 14,0
95	C - H	Cl	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CF ₃	H	bílá hmota	263-264 (r)	41,3 41,1	2,77 2,81	12,8 13,0
96	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CF ₃	H	téměř bílá hmota	256-258 (r)	44,5 44,5	3,50 3,45	13,0 12,9
97	C - H	Cl	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CO ₂ CF ₃	H	bílá hmota	218-219 (r)	45,0 44,9	3,54 3,59	13,1 12,8
98	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CO ₂ CF ₃	H	téměř bílá hmota	274-276 (r)	48,3 48,6	4,30 4,26	13,3 13,1
99	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	Cl	Cl	H	hnědý prášek	235-236 (r)			
100	C - H	OCH ₃	Cl	H	C - H	Cl	Cl	H	šedá hmota	>270	38,3 37,7	2,23 1,99	13,4 14,6
101	C - H	OCH ₃	H	H	C - H	Cl	Cl	H	fialová hmota	242-244 (r)	41,8 41,5	2,70 2,58	15,0 14,7
102	C - H	H	OCH ₃	H	C - H	Cl	Cl	H	bílá hmota	278-280 (r)	41,8 41,9	2,70 2,77	15,0 15,2
103	C - CF ₃	H	OCH ₃	H	C - H	Cl	Cl	H	bílá hmota	247-248 (r)	38,1 38,2	2,06 2,05	7,27 7,30
104	C - Cl	H	OCH ₃	H	C - H	Cl	Cl	H	téměř bílá hmota	266-269 (r)			



105	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₃	bílý prášek	217-219 (r)	47,5 47,7	4,52 4,61	18,5 18,3
106	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	Cl	bílý prášek	205-207	42,1 42,2	3,53 3,75	17,5 17,2
107	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	OCH ₃	bílý prášek	233-235 (r)	45,6 45,7	4,33 4,57	17,7 17,5
108	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	Br	bílý prášek	225-227	37,9 38,1	3,18 3,38	15,8 15,3
109	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	H	Cl	bílý prášek	219-221 (r)	38,6 38,6	2,74 2,85	17,3 16,6
110	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CH ₃	H	F	bílý prášek	184-185 (r)	45,8 46,0	3,84 3,92	19,1 18,8
111	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	H	CH ₃	bílý prášek	197-200	48,9 50,8	4,87 5,65	17,8 17,6
112	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	C ₂ H ₅	bílý prášek	200-202	48,9 48,7	4,87 4,81	17,8 17,9
113	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	C ₃ H ₇ (i)	bílý prášek	199-201	50,1 50,0	5,20 5,69	17,2 17,4
114	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	H	F	bílý prášek	217-219	45,3 43,7	4,06 4,08	17,6 16,8
115	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	CF ₃	bílý prášek	215-216	41,6 41,3	3,26 3,51	16,2 16,0
116	N	OCH ₃	OC ₂ H ₅	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₃	bílý prášek	211-213	48,9 49,1	4,87 4,91	17,8 18,0
117	N	OCH ₃	Br	H	C-H	OCH ₃	H	Cl	růžová hmota	204-205	34,8 36,4	2,47 2,95	15,6 15,6
118	N	OCH ₃	Br	H	C-H	OCH ₃	H	F	bílý prášek	221-223	36,1 36,1	2,57 2,64	16,2 16,0
119	N	OCH ₃	I	H	C-H	OCH ₃	H	Cl	růžový prášek	223-225	31,5 32,8	2,24 2,45	14,1 13,1
120	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	H	Cl	bílý prášek	203-205	3836 3838	2,74 2,85	17,3 16,7

121	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	H	F	bílý prášek	217-219	40,3 39,7	2,86 2,54	18,1 17,9
122	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₃	bílý prášek	195-196	43,8 43,0	3,68 4,61	18,3 18,0
123	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	F	růžový prášek	205-207 (r)	43,9 42,8	3,68 3,57	18,3 16,8
124	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	SCCH ₃	H	CH ₃	hnědý prášek	217-219	45,6 46,0	4,33 5,12	17,7 17,8
125	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	SCCH ₃	H	Cl	bílý prášek	216-218	40,4 40,5	3,39 3,39	16,8 16,7
126	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CH ₃	H	CH ₃	bílý prášek	218-220	49,6 49,6	4,72 4,65	19,3 19,0
127	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	H	CH ₃	bílý prášek	117-119 (r)	46,7 44,9	4,41 4,72	17,0 15,9
128	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CF ₃	H	CH ₃	bílý prášek	202-204	43,0 43,0	3,60 3,86	15,7 15,5
129	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	H	Cl	bílý prášek	233-234 (r)	43,5 43,5	3,90 4,51	16,9 16,5
130	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	F	bílá hmota	196-198	43,8 43,9	3,43 3,54	17,0 17,0
131	N	OCH ₃	I	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₃	bílá hmota	230-232 (r)	35,4 35,6	2,97 3,06	14,7 14,3
132	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	hnědá hmota	193-195 (r)	47,2 47,2	4,21 4,35	17,2 17,2
133	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	H	CH ₃	hnědá hmota	163-165 (r)	47,0 46,7	4,68 4,51	17,1 16,2
134	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	Cl	bílý prášek	233-234	41,9 41,7	3,75 3,91	16,3 16,1
135	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	CH ₃	Cl	bílý prášek	180-182	40,2 38,3	3,13 3,50	16,7 15,4
136	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	Cl	Cl	bílý prášek	227-228	38,7 38,6	3,02 3,25	16,1 15,9

137	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	Cl	bílý prášek	236-238 (r)	42,0	3,52	15,3
138	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	hnědá hmota	228-230 (r)	42,0	3,52	15,0
139	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	F	CH ₃	hnědá hmota	205-208 (r)	45,3	4,06	17,6
140	N	OCH ₃	Cl	H	C - H	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	hnědá hmota	223-225 (r)	45,4	4,07	17,3
141	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	H	H	hnědý prášek	242-244 (r)	42,6	3,85	22,9
142	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	214-216	42,6	3,82	21,6
143	C - H	H	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	H	H	hnědý prášek	249-250 (r)	50,3	4,22	16,8
144	C - H	OCH ₃	H	H	C - H	OCH ₃	H	H	téměř bílý prášek	249-250 (r)	50,4	4,10	16,8
145	C - H	OC ₂ H ₅	H	H	C - H	OCH ₃	H	H	hnědý prášek	250-251 (r)	51,7	4,63	16,1
146	N	OCH ₃	Cl	H	C - H	OCH ₃	F	CH ₃	hnědá hmota	196-198	51,8	4,65	16,2
147	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	F	OCH ₃	CH ₃	žeravená hmota	165-168	41,9	3,26	17,4
148	N	OCH ₃	Cl	H	C - H	F	OCH ₃	CH ₃	hnědá hmota	176-178	41,6	3,39	17,5
149	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	CF ₃	OCH ₃	CH ₃	hnědá hmota	183-185	45,3	4,06	17,6
150	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OCH ₂ CH ₂ - OCH ₃	H	bílá hmota	173-175	45,3	4,06	17,6
151	N	OCH ₃	Cl	H	C - H	OCH ₃	CH ₂ OC ₃ H ₇ (1)	H	bílá hmota	224-226	41,9	3,26	17,4
											41,5	3,27	17,3
											46,5	4,82	15,9
											46,5	4,87	15,9
											46,2	4,56	15,9
											45,9	4,46	15,5

152	N	OCH ₃	SCH ₃	H	C-H	Cl	Cl	H	hnědá hmota	207-209	37,2 37,2	2,64 2,56	16,7 16,5
153	N	OCH ₃	SCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	H	hnědá hmota	215-217	40,1 40,0	3,14 3,18	15,5 15,4
154	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₃	hnědá hmota	182-184	38,4 38,1	2,53 2,39	15,0 15,6
155	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	Cl	H	bílý prášek	227-228	39,0 38,7	3,27 3,14	21,0 20,9
156	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	OCH ₃	H	hnědý prášek	223-225	42,4 41,8	4,07 3,96	21,2 20,5
157	C-H	C ₂ H ₅	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílá hmota	241-243 (r)	50,0 49,9	4,94 4,80	13,7 13,6
158	C-H	Cl	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	Cl	H	bílá hmota	264-266 (r)	41,7 41,7	3,00 2,97	13,9 13,9
159	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	Cl	H	bílá hmota	246-248 (r)	45,2 45,3	3,79 3,69	14,1 14,0
160	C-H	Cl	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₃	bílá hmota	245-247 (r)	47,1 47,0	3,95 3,93	14,6 14,4
161	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₃	bílá hmota	258-260 (r)	50,8 49,9	4,79 4,48	14,8 14,2
162	C-H	Cl	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	Cl	bílá hmota	207-211 (r)	41,7 41,8	3,00 2,90	13,9 13,7
163	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	Cl	bílá hmota	228-230 (r)	45,2 45,2	3,79 3,84	14,1 14,0
164	C-H	Br	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílá hmota	243-245 (r)	40,6 40,6	3,41 3,38	12,6 12,5
165	C-Cl	H	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílá hmota	268-270 (r)	45,2 45,1	3,79 3,82	14,1 14,0
166	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	Cl	Cl	hnědý prášek	217-219	35,6 35,5	2,30 2,44	16,0 15,6
167	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H	bílý prášek	233-235	41,3 41,4	3,25 3,09	15,1 14,9

168	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	bílá hmota	181-183 (r)	41,5 41,6	3,48 3,42	15,1 15,0
169	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	bílá hmota	224-226	44,7 44,5	3,75 3,68	12,3 12,3
170	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	téměř bílá hmota	174-176	43,8 43,5	3,43 3,33	17,0 16,8
171	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₂ OCH ₃	H	CH ₃	téměř bílá hmota	199-201	43,5 43,2	3,90 3,87	16,9 16,7
172	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	CF ₃	H	bílá hmota	226-227	41,6 41,7	3,26 3,24	16,2 15,9
173	N	OCH ₃	Cl	H	N	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	238-240	35,7 35,9	2,07 2,22	19,2 19,2
174	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	Cl	OCH ₃	H	bílý prášek	228-229 (r)	39,0 38,8	3,26 3,13	21,0 21,7
175	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CO ₂ C ₂ H ₅	H	hnědá hmota	204-206 (r)	49,5 49,3	4,62 4,53	12,8 12,6
176	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₄ H ₉ (i)	OC ₄ H ₉ (i)	H	hnědá hmota	145-147	52,6 52,5	6,10 6,08	14,6 14,4
177	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₃ H ₇ (n)	CF ₃	H	bílá hmota	202-204	44,3 44,1	3,93 3,81	15,2 15,0
178	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OCH ₃	Cl	H	hnědý prášek	>250			
179	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₃ H ₅	H	CH ₃	hnědý prášek	214-216	45,3 45,0	4,05 3,86	17,6 17,3
180	C-H	Br	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H	bílá hmota	244-246	43,3 43,3	4,06 3,90	11,9 11,9
181	C-OCH ₃	H	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	bílý prášek	274-276	48,7 48,7	4,60 4,50	14,2 14,1
182	N	OCH ₃	Cl	H	C-H	OC ₃ H ₅ (i)	OC ₃ H ₅ (i)	H	hnědá hmota	174-176	47,4 47,5	4,86 4,90	15,4 15,3
183	C-H	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OC ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	H	fialová hmota	243-245	51,2 50,2	5,25 5,11	13,3 12,9

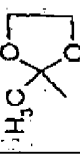


184	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CH ₂ - OCH ₃	CF ₃	H	téměř bílá hmota	233-235	42,8 42,7	3,80 3,69	14,7 14,7
185	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CF ₃	CF ₃	H	bílá hmota	211-213	38,3 38,3	2,61 2,59	14,0 13,9
186	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CN	CF ₃	H	téměř bílá hmota	211-213	41,9 41,6	2,86 2,88	18,3 17,6
187	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH- (CH ₂ F) ₂	CF ₃	H	bílá hmota	229-231	40,1 41,0	3,24 3,12	14,1 14,0
188		OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ - OC ₂ H ₅	CF ₃	H	bílá hmota	152-157	42,8 42,6	3,80 3,70	14,7 13,4
189	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ - CF ₂ CF ₃	CF ₃	H	bílá hmota	209-211	37,0 36,8	2,38 2,23	12,7 12,5
190	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CHF ₂	CF ₃	H	hnědá hmota	223-224	39,8 39,5	2,92 2,74	14,5 14,3
191	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CH ₂ F	H	F	bílá hmota	195-199			
192	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ OCH ₃	H	F	téměř bílá hmota	155-165			
193	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ OCH ₃	H	Cl	téměř bílá hmota	185-190	41,9 41,9	3,72 3,70	16,3 15,9
194	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₃ H ₇ (i)	CF ₃	H	hnědá hmota	232-234	44,3 44,2	3,93 3,93	15,2 15,0
195	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₄ H ₉ (n)	CF ₃	H	bílá hmota	185-187	45,5 45,2	4,24 4,27	14,7 14,6
196	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ OCH ₃	H	H	hnědá hmota	167-169	45,6 45,2	4,33 4,20	17,7 16,9
197	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CH ₂ F	H	H	bílá hmota	203-205	45,3 44,4	4,06 3,93	17,6 17,2
198	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CF ₃	H	H	bílá hmota	209-211	41,6 41,6	3,26 3,28	16,2 16,0

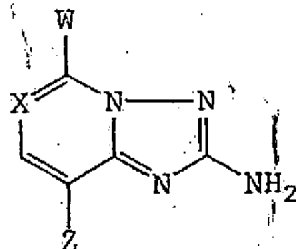
199	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₄ H ₉ (l)	CF ₃	H	hnědá hmota	217-219	45,4 45,2	4,24 4,17	14,7 14,5
200	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	CF ₃	OCH ₂ O		bílá hmota	193-195	40,3 40,2	2,70 2,74	15,7 15,4
201	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ - (CH ₂ E) ₂	H	H	bílá hmota	203-204	44,8 44,9	3,99 3,91	16,3 16,2
202	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₄ H ₉ (s)	CF ₃	H	hnědá hmota	186-188	45,5 45,4	4,24 4,20	14,7 14,7
203		OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ - CH ₂ Cl	CF ₃	H	téměř bílá hmota	230-231	39,9 39,8	3,14 3,07	14,5 14,4
204	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	135-137	43,2 43,0	3,38 3,33	16,8 16,5
205	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	197-199	35,2 35,3	2,56 2,46	13,7 13,6
206	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	175-176	41,3 42,5	3,90 3,63	15,0 14,4
207	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	bílý prášek	181-183 (r)	41,5 41,6	3,48 3,42	15,1 15,0
208	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OC ₂ H ₅	CF ₃	H	téměř bílá hmota	211-213	40,2 40,4	3,37 3,33	18,7 18,5
209	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H	hnědá hmota	226-228	38,6 38,5	3,03 2,88	18,0 17,9
210	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₂ - CH=CH ₂	CF ₃	H	bílá hmota	166-168	41,7 41,6	3,28 3,22	18,3 18,0
211	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OC ₃ H ₇ (l)	CF ₃	H	bílá hmota	219-221	41,6 41,6	3,71 3,66	18,2 18,1
212	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	H	CH ₃	bílý prášek	141-142	44,2 43,5	4,24 4,07	22,1 21,0
213	N	OCH ₃	Br	H	N	OCH ₃	CF ₃	H	hnědý prášek	235-237 (r)	32,3 32,3	2,06 2,06	17,4 17,2

214	C - H	Br	OCH ₃	H	N	OCH ₃	CF ₃	H	bílá hmota	241-243	34,9 35,0	2,30 2,20	14,5 14,3
215	C - H	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₂ H ₅	CO ₂ CH ₃	H	žlutá hmota	197-198	49,5 50,0	4,62 4,83	12,8 12,2
216	N	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	C - H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	hnědý prášek	230-231	39,3 40,3	3,91 3,76	14,3 13,3
217	C - H	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	C - H	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H	hnědý prášek	248-249 (f)			
218	N	OCH ₃	Cl	H	C - H	F	CF ₃	H	hnědá hmota	191-193	36,7 36,7	1,89 1,80	16,5 16,3
219	N	OCH ₃	Cl	H	C - H	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H	hnědá hmota	161-163 (f)	38,5 38,0	2,80 2,67	15,0 13,8
220	N	OCH ₃	OCH ₃	COCH ₃	C - H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H	hnědý prášek	217-220	42,6 42,2	3,38 3,33	15,0 13,6
221	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	CO ₂ CH ₃	CF ₃	H					
222	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCF ₃	CF ₃	H					
223	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	Br	CF ₃	H					
224	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ - CH=CH ₂	CF ₃	H					
225	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ SCH ₃	CF ₃	H					
226	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	CH ₂ OCH ₃	CF ₃	H					
227	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OC ₃ H ₇ (l)	CH ₂ CF ₃	H					
228	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₃	OCF ₂ OCH ₃	H					
229	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	O(CH ₂) ₃ F	CF ₃	H					
230	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCH ₂ CH ₂ F	CO ₂ CH ₃	H					
231	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCF ₃	OCH ₂ CH ₂ F	H					
232	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C - H	OCF ₃	OCH- (CH ₂ F) ₂	H					

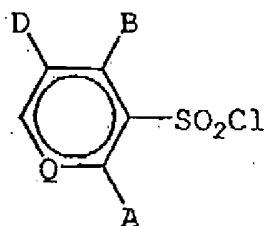
29.07.98

233	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH-(CH ₂ Cl) ₂	CF ₃	H				
234	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ -CHCl ₂	CF ₃	H				
235	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H		CF ₃	H				
236	N	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H				
237	N	OCH ₃	OCH ₃	COCH ₃	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H				
238	N	OCH ₃	OCH ₃	CH ₂ CH ₂ -CO ₂ CH ₃	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	CF ₃	H				
239	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CH ₂ F	H	Cl				
240	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₂ CF ₃	H	Cl				
241	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	H	CH ₂ F				
242	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CF ₃	Cl				
243	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	Cl	CF ₃	OCH ₃				
244	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	CF ₃	OCH ₃	H				
245	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	CO ₂ CH ₃	H				
246	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₃	H	Cl				
247	N	OCH ₃	OCH ₃	H	N	OCH ₂ OCH ₃	CF ₃	H				
248	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	CH ₂ F	H				
249	N	OCH ₃	OCH ₃	H	C-H	OCH ₃	SCF ₃	H				

Sloučenina obecného vzorce I, kde T znamená atom vodíku se může připravit reakcí substituované 2-amino[1,2,4]-triazolazinové sloučeniny obecného vzorce II:



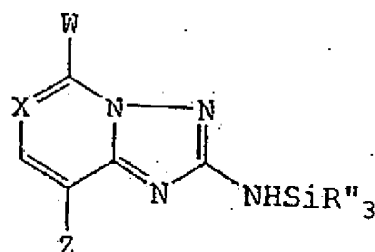
s benzensulfonylchloridovou nebo pyridin-3-sulfonylchloridovou sloučeninou obecného vzorce III:



kde A, B, D, Q, W, X a Z mají význam uvedený shora pro sloučeniny obecného vzorce I. Reakce se provede spojením přibližně ekvimolárního množství dvou sloučenin v polárním, aprotickém rozpouštědle, jako je acetonitril a přidáním pyridinu a katalytického množství (5 až 25 molárních procent sulfonylchloridové sloučeniny) dimethylsulfoxidu při teplotě místnosti. Je-li to nezbytné k dokončení reakce, přidá se další množství sulfonylchloridové sloučeniny, pyridinu a dimethylsulfoxidu. Reakce trvá od několika hodin do několika dnů. Použijí se prostředky, které vylučují vlhkost, jako je dusík. Získané sloučeniny obecného vzorce I jsou pevné látky s nízkou rozpustností v řadě obvyklých rozpouštědel a ve vodě a získají se za použití konvenčních způsobů.

Kondenzační reakce sulfonylchloridových sloučenin obecného vzorce III a 2-amino[1,2,4]triazolazinových

sloučenin obecného vzorce II se může výhodně provést nejprve převedením 2-amino[1,2,4]triazolazinové sloučeniny obecného vzorce II na trialkylsilylový derivát obecného vzorce IV:



kde W, X a Z mají význam definovaný u sloučeniny I a R" znamená C₁-C₄ alkyl. N-trimethylsilylové a N-triethylsilylové deriváty jsou typické. Způsob je podobný způsobu popsaném v US patentech č 4 910 306 a 4 666 501, liší se v tom, že obvykle vyžaduje fluoridový iontový podporovač reakce.

Konverze 2-amino[1,2,4]triazoloazinové sloučeniny obecného vzorce II na N-trialkylsilylový derivát obecného vzorce IV se provede přípravou směsi chlortrialkylsilanové sloučeniny s jodidem sodným nebo draselným v rozpouštědle, jako je acetonitril, v bezvodých podmínkách a potom přidáním 2-amino[1,2,4]triazolazinové sloučeniny a trialkylaminové sloučeniny, jako je triethylamin, typicky při okolní teplotě a za míchání. Obvykle se použijí přibližně ekvimolární množství chlortrialkylsilanové a 2-amino[1,2,4]triazolazinové sloučeniny. Doba reakce závisí na specifických trialkylaminových a 2-amino[1,2,4]triazolazinových sloučeninách a pohybuje se od několika hodin do několika dnů. Připravené trialkylsilylové deriváty se získají zředěním vzniklé směsi nepolárním rozpouštědlem, jako je ether nebo 1,2-dichlorethan, odstraněním nerozpustných solí filtrací a odstraněním těkavých složek odpařením za sníženého tlaku. Sloučeniny obecného vzorce IV jsou nestabilní v přítomnosti vody a musí být udržovány v suchu.

29.07.95

2-(trialkylsilylamino) [1,2,4]triazoloazinové deriváty obecného vzorce IV, získané jak je popsáno shora nebo jiným způsobem se mohou kondenzovat s nebo bez dalšího čištění se sulfonylchloridovou sloučeninou obecného vzorce III.

Kondenzace se typicky provádí v rozpouštědle, jako je acetonitril, v přítomnosti přibližně ekvimolárního množství pyridinové nebo metylpyridinové báze, přibližně ekvimolárního množství fluoridového iontového podporovače reakce, jako je fluorid cesný nebo tetraalkylamoniumfluorid a katalytického množství (3 až 20 % sulfonylchloridové sloučeniny) dimethylsulfoxidu. Kondenzace, která se typicky provádí při teplotě od 10 ° do 60 ° při bezvodých podmínkách a za míchání se obvykle dokončí během 2 až 18 hodin.

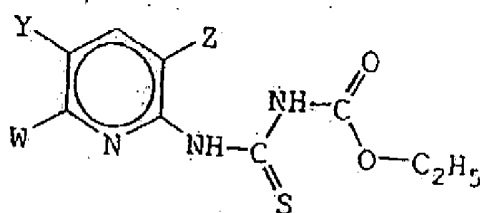
N-(triazoloazinyl)arylsulfonamidové sloučeniny obecného vzorce I se mohou získat obvyklými způsoby, jako je filtrace za účelem sebrání pevných látek a extrakce získaných pevných látek k odstranění ve vodě rozpustných solí a/nebo rozpustných organických složek.

N-(triazoloazinyl)arylsulfonamidové sloučeniny obecného vzorce I, kde T neznámá vodík se mohou připravit z odpovídajících sloučenin obecného vzorce I, kde T znamená atom vodíku při reakčních podmínkách známých ve stavu techniky pro příbuzné sulfonamidové acylační reakce. Vhodná acylační činidla zahrnují alkanoylchloridové sloučeniny, jako je propionylchlorid nebo trifluoracetylchlorid; chlorformiátové esterové sloučeniny, jako je 2-methoxyethylchlorformiát; karbamoylchloridové sloučeniny, jako je N',N'-diallylkarbamoylchlorid a alkylisokyanátové sloučeniny, jako je 2-chlorethylisokyanát.

Sloučeniny obecného vzorce I, kde W znamená chlor se mohou převést na odpovídající sloučeniny obecného vzorce I, kde W znamená fluor, brom, jod, O(C₁-C₃ alkyl) nebo S(C₁-C₃ alkyl) zpracováním vhodným nukleofilem za použití metod

známých ve stavu techniky pro nahrazování tohoto typu. Chlorsubstituenty v 5- poloze (X) jsou obvykle snadněji nahrazeny než chlorsubstituenty v 6- poloze (Y) nebo 8- poloze (Z) a mohou být selektivně nahrazeny.

Řada 2-amino[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridinových sloučenin obecného vzorce II (X znamená C-Y) se může připravit reakcí vhodně substituovaných N-(2-pyridinyl)-N'-karboethoxythiomočoviny obecného vzorce:



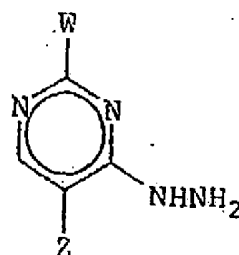
s hydroxylaminem. Reakce se typicky provádí v rozpouštědle jako je ethanol a vyžaduje zahřívání po několik hodin. Hydroxylamin se typicky generuje neutralizací hydrochloridu s bráněným terciárním aminem, jako je diisopropylethylamin nebo alkoxidem alkalického kovu, jako je ethoxid sodný. Žádané sloučeniny obecného vzorce II se mohou získat konvenčními způsoby, jako je odstranění těkavých složek z reakční směsi odpařením a mohou se čistit konvenčními způsoby, jako je extrakce vodou a/nebo jinými rozpouštědly, ve kterých jsou omezeně rozpustné. N-(2-pyridinyl)-N'-karboethoxythiomočoviny sloučeniny používané jako výchozí látky pro tento způsob se mohou získat zpracováním vhodně substituovaných 2-aminopyridinových sloučenin ethoxykarbonylisothiokyanátem. Reakce se obvykle provádí v inertním organickém rozpouštědle a při teplotě okolí. Celková metoda je dále popsána v US patentu č. 5 571 775.

Substituované 2-aminopyridinové sloučeniny používané jako výchozí látky pro metodu popsanou shora jsou známé ve stavu techniky nebo se mohou připravit metodami popsanými v

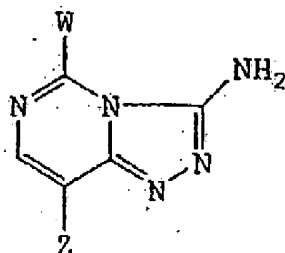
předkládaném vynálezu nebo metodami známými ve stavu techniky.

Sloučeniny obecného vzorce II, kde X znamená C-Y se také mohou připravit z vhodně substituovaných 2-kyanoaminopyridinových sloučenin metodou kterou popsali B. Vercek a kol. v Monatshofte für chemie, 114, 789 - 798 (1983). Další způsob přípravy takových sloučenin popsali K. T. Potts a kol. v Journal of Organic Chemistry, 31, 265 - 273 (1966).

Sloučeniny obecného vzorce I, kde X znamená N (2-amino[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinové sloučeniny) se mohou připravit z 4-hydrazinopyrimidinových sloučenin obecného vzorce:



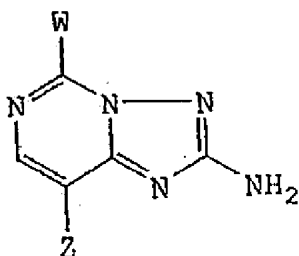
kde W znamená methylthio, vodík nebo chlor a Z znamená vodík, halogen, alkoxy nebo alkylthioskupinu. Hydrazinopyrimidinová sloučenina se nejprve zpracuje bromkyanem za vzniku hydrobromidu 3-amino-8-substituované-5-substituované[1,2,4]-triazolo[4,3-c]pyrimidinové sloučeniny obecného vzorce:



kde W znamená methylthio, vodík nebo chlor a Z znamená vodík, halogen, alkoxy nebo alkylthioskupinu. Reakce se obvykle provádí v organickém rozpouštědle, jako je isopropylalkohol a při okolní teplotě. Produkt se může získat obvyklými způsoby, jako je přidání nepolárního rozpouštědla, například diethyletheru a sebrání pevných látek filtrací. Shora uvedené meziprodukty, kde W znamená methylthioskupinu mohou pak být převedeny na žádané sloučeniny obecného vzorce II, kde W znamená alkoxyskupinu zpracováním s alkoholátem alkalického kovu, jako je methylát sodný nebo ethylát draselný a ethylakrylátem v odpovídajícím alkoholu jako rozpouštědlo. Sloučenina přesmykuje a methylthiová část se nahradí alkoxylovou částí odvozenou od alkoholu, který tvoří prostředí. Reakce se obvykle provádí při teplotě pod 25 °C. Žádané sloučeniny obecného vzorce II se mohou získat neutralizací kyselinou octovou a sebráním pevných látek filtrací nebo jinými konvenčními způsoby. Sloučeniny obecného vzorce II, kde X znamená N a W znamená vodík nebo chlor se mohou získat z odpovídajícího [4,3-c] intermediátu, kde W znamená vodík nebo chlor izomerací trialkylaminovou bází. 4-hydrazinopyrimidinové sloučeniny používané jako výchozí látky pro tyto metody se mohou připravit z odpovídajících 4-chlorpyrimidinových sloučenin, které jsou dobře známé ve stavu techniky, reakcí s hydrazinem.

Další metody pro přípravu sloučenin obecného vzorce II kde X znamená N popsali G. W. Miller a kol., J. Chemical Society, 1965, str. 3357 a 1963, str. 5642.

Sloučeniny obecného vzorce II, kde X znamená N jsou další provedení podle vynálezu. Tak vynález zahrnuje 2-amino[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinové sloučeniny obecného vzorce:



kde W znamená $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, Cl, Br, F nebo H a Z znamená $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, H, F, Cl, Br, I, $S(C_1-C_3 \text{ alkyl})$ nebo CH_3 případně substituovaný až třemi atomy fluoru, s tím, že alespoň jeden ze symbolů W a Z znamená $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$. Sloučeniny tohoto typu, kde jeden ze symbolů W a Z znamená methoxyskupinu a zbývající znamená fluor, chlor, brom, methyl, methoxy nebo ethoxyskupinu jsou často výhodné a sloučeniny, kde W znamená methoxyskupinu a Z znamená methoxyskupinu, fluor, chlor nebo brom jsou často výhodnější.

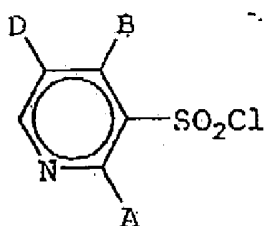
Substituované benzensulfonylchloridové a pyridinsulfonylchloridové sloučeniny používané jako výchozí materiály obecného vzorce III se mohou připravit metodami popsanými v předkládaném vynálezu nebo obecnými nebo specifickými metodami popsanými ve stavu techniky. Řada sloučenin, jako je 2-methoxy-6-(trifluormethyl)benzen-sulfonylchlorid a 2-methoxy-4-(trifluormethyl)-3-pyridin-sulfonylchlorid se mohou připravit lithiací odpovídající benzenové nebo pyridinové sloučeniny (například 3-(trifluormethyl)anisolu nebo 2-methoxy-4-(trifluormethyl)-pyridinu s butyllithiem, reakcí získané fenyl nebo pyridinylithiové sloučeniny s dipropyldisulfidem a potom chloroxidací vzniklé propylthiové sloučeniny. V každém tomto reakčním stupni se použijí reakční podmínky obvykle používané pro takové procesy. Může být také připravena řada propyl nebo benzylthiobenzenů a pyridinů alkylací odpovídající thiofenolové nebo 3-pyridinthiolové sloučeniny za použití standartních metod a následnou chloroxidací. Fenyl a pyridinylithiové sloučeniny, jako jsou sloučeniny odvozené

od 1,3-dimethoxybenzenu se mohou převést přímo na odpovídající žádané sulfonylchloridové sloučeniny reakcí s oxidem siřičitým a sulfurylchloridem v přítomnosti N,N,N',N'-tetramethylethylendiaminu. Ostatní žádané sulfonylchloridové sloučeniny, jako je 2-(1,1,2,2-tetrafluoroethoxy)benzensulfonylchlorid se mohou připravit diazotací odpovídající anilinové nebo 3-aminopyridinové sloučeniny v přítomnosti oxidu siřičitého, chloridu měďnatého a koncentrované vodné kyseliny chlorovodíkové.

Benzensulfonylchloridové sloučeniny, jako je 2-methoxy-5-methylbenzensulfonylchlorid se mohou připravit přímou chlorsulfonací vhodných benzenových sloučenin.

3-Alkylthiopyridinové sloučeniny které mají chlorsubstituenty v 2- a/nebo 4-poloze se mohou převést na odpovídající sloučeniny mající jiné halogenové nebo alkoxy substituenty konvenčním nukleofilním přemístěním před chloroxidací za vzniku jiných pyridin-3-sulfonylchloridových sloučenin.

Sloučeniny obecného vzorce III, kde Q znamená N, zahrnují substituované pyridin-3-sulfonylchloridové sloučeniny obecného vzorce:



kde A znamená H, F, Cl, Br nebo I, nebo CO₂(C₁-C₄ alkyl) nebo znamená C₁-C₃ alkyl, O(C₁-C₄ alkyl), O(C₃-C₄ alkenyl), O(C₃-C₄ alkynyl) nebo S(C₁-C₃ alkyl), přičemž každý je případně substituován jednou skupinou O(C₁-C₃ alkyl), S(C₁-C₃ alkyl), atomem chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až

do maximálního možného počtu atomů fluoru nebo znamená 2-methyl-1,3-dioxolan-2-ylovou část; B znamená H, F, Cl, Br, I, NO₂, CN, CO₂(C₁-C₄ alkyl), NH(C₁-C₃ alkyl) nebo

$N(C_1-C_3)alkyl_2$ nebo znamená $O(C_1-C_4 alkyl)$, $O(C_3-C_4 alkenyl)$, $O(C_3-C_4 alkynyl)$, $C_1-C_3 alkyl$, $S(C_1-C_3 alkyl)$, $SO(C_1-C_3 alkyl)$, $SO_2(C_1-C_3 alkyl)$, $S(C_3-C_4 alkenyl)$, $SO(C_3-C_4 alkenyl)$, $SO_2(C_3-C_4 alkenyl)$, $S(C_3-C_4 alkynyl)$, $SO(C_3-C_4 alkynyl)$, nebo $SO_2(C_3-C_4 alkynyl)$, přičemž každý je případně substituován jednou skupinou $O(C_1-C_3 alkyl)$, $S(C_1-C_3 alkyl)$, atomem chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru, s tím, že alespoň jeden ze symbolů A a B znamená $O(C_1-C_4 alkyl)$, $O(C_3-C_4 alkenyl)$ nebo $O(C_3-C_4 alkynyl)$, přičemž každý je případně substituován jedním $O(C_1-C_3 alkylem)$, $S(C_1-C_3 alkylem)$, chlorem, bromem nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru; s tím, že A a B neznámá současně H; a D znamená H, F, Cl, Br, I, $C_1-C_3 alkyl$, OCH_3 , OC_2H_5 , nebo CF_3 ; nebo B a D společně znamenají skupinu vzorce $O-CH_2-O$, případně substituovanou jednou nebo dvěma F nebo CH_3 jsou dalším provedením vynálezu. Pyridin-3-sulfonylchloridové sloučeniny obecného vzorce III, kde A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy, 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxy, trifluormethoxyskupinu, chlor nebo fluor; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, methylthio, methyl, trifluormethyl, trifluormethoxy, fluor, chlor nebo methoxykarbonylovou skupinu; a D znamená vodík, fluor, chlor, brom nebo methyl jsou typicky výhodné. Ty sloučeniny, kde B znamená methoxy a D znamená vodík; kde A znamená methoxy a D znamená vodík, methyl nebo chlor; nebo kde B znamená trifluormethyl a D znamená vodík jsou často výhodnější. Sloučeniny obecného vzorce III, kde Q znamená N a A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy nebo 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxy; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, trifluormethyl nebo methoxykarbonyl; a D znamená vodík nebo methyl jsou obvykle nejvýhodnější.

I když je možné používat N-(triazoloazinyl)arylsulfonamidové sloučeniny obecného vzorce I přímo jako herbicidy, je výhodné je používat ve směsi obsahující herbicidně účinné množství sloučeniny spolu s alespoň jedním zemědělsky přijatelným pomocným činidlem nebo nosičem. Vhodná pomocná činidla nebo nosiče by neměly být fototoxické k cenným plodinám, zvláště v koncentracích, které se používají při aplikaci prostředků pro selektivní regulaci plevelu v přítomnosti plodin a neměly by reagovat chemicky se sloučeninami obecného vzorce I nebo jinými složkami prostředku. Takové směsi mohou být navrženy pro přímou aplikaci na plevelu nebo na jejich místo nebo může jít o koncentráty nebo prostředky, které se před aplikací normálně ředí přidáním dalších nosičů a podobných činidel. Mohou to být pevné látky, například prachy, granule, ve vodě dispergovatelné granule nebo smáčitelné prášky nebo kapaliny, jako jsou například emulgovatelné koncentráty, roztoky emulze nebo suspenze.

Vhodná zemědělsky přijatelná pomocná činidla a nosiče, které jsou užitečné při přípravě herbicidních směsí podle vynálezu jsou dobře známy odborníkům z oblasti techniky.

Mezi kapalnými nosiči, které se mohou používat patří voda, toluen, xylen, petrolether, plodinové oleje, aceton, methylethylketon, cyklohexanon, trichlorethylen, perchlorethylen, ethylacetát, amylacetát, butylacetát, monomethylether propylenglykolu a monomethylether diethylenglykolu, methanol, ethanol, isopropanol, amylalkohol, ethylenglykol, propylenglykol, glycerin a podobně. Nosičem volby pro ředění koncentrátů je obvykle voda.

Mezi vhodné pevné nosiče patří talek, pyroflylitová hlínka, oxid křemičitý, atapulgitová zemina, křemelina,

křída, infuzóriová zemina, vápno, uhličitan vápenatý, bentonitová hlínka, Fullerova zemina, slupky bavlněných semen, pšeničná mouka, sojová mouka, pemza, dřevěná mouka, mouka ze skořápek vlašských ořechů, lignin a podobně.

Často je žádoucí zahrnout do prostředků podle vynálezu jedno nebo více povrchově aktivních činidel. Tato povrchově aktivní činidla se s výhodou používají jak v pevných tak v kapalných prostředcích, zvláště ta, která jsou určena pro ředění před použitím. Povrchově aktivní činidla mohou být aniontového, kationtového nebo iontového charakteru a mohou se používat jako emulgační činidla, zvlhčovací činidla, suspendační činidla nebo pro jiné účely. Mezi typická povrchově aktivní činidla patří soli alkylsulfátů, jako je diethanolamoniumlaurylsulfát, alkylarylsulfonátové soli, jako je dodecylbenzensulfonát vápenatý, adiční produkty alkylfenolalkylenoxidu, jako je nonylfenol (s 18 atomy uhlíku)ethoxylát, adiční produkt alkohol-alkylenoxidu, jako je tridecylalkohol(s 16 atomy uhlíku)ethoxylát, mýdla, jako je stearát sodný, soli alkyl-naftalensulfonátu, jako je dibutyl-naftalensulfonát sodný, dialkylestery sulfosukcinátových solí, jako je di(2-ethylhexyl)sulfosukcinát sodný, estery sorbitolu, jako je oleát sorbitolu, kvartérní aminy, jako je lauryl-trimethylamoniumchlorid, estery polyethylenglykolu s mastnými kyselinami, jako je stearát polyethylenglykolu, blokové kopolymery ethylenoxidu a propylenoxidu a soli mono- a dialkyl-fosforečnanových esterů.

Mezi další pomocná činidla, která se obvykle používají v zemědělských prostředcích patří činidla způsobující slučitelnost, protipěnová činidla, sekvestrační činidla, neutralizační činidla a pufry, inhibitory koroze, barviva, činidla přidávající vůni, smáčedla, penetrační pomocná činidla, lepivá činidla, dispergační činidla, tužidla, činidla snižující teplotu tuhnutí, antimikrobiální činidla apod. Prostředky mohou také obsahovat další slučitelné

složky, například jiné herbicidy, herbicidní ochranná činidla, regulátory růstu rostlin, regulátory růstu rostlin, fungicidy a insekticidy. Mohou se připravovat spolu s nosiči, jako jsou kapalná umělá hnojiva nebo pevná hnojiva, jako je dusičnan amonný, močovina a podobně.

Koncentrace účinných složek v herbicidních prostředcích podle vynálezu je obvykle od 0,001 do 98 % hmotn. Často se používá koncentrace od 0,01 do 90 % hmotn. V prostředcích, které jsou navrženy jako koncentráty, je účinná složka obvykle přítomna v množství od 5 do 98 % hmotn., s výhodou od 10 do 90 % hmotn. Takové prostředky se před aplikací typicky ředí inertním nosičem, jako je voda. Zředěné prostředky, které se obvykle aplikují na plevely nebo na místo plevelů, obvykle obsahují 0,001 až 5 % hmotn. účinné složky, s výhodou 0,01 až 0,5 % hmotn. účinné složky.

Předložené prostředky se mohou na plevel nebo na místo s plevely aplikovat konvenčními pozemními nebo leteckými rozprašovači, roztrikovači a granulovými aplikátory, přidáním do zavlažovací vody a jinými konvenčními způsoby známými odborníkům z oblasti techniky.

Bylo zjištěno, že sloučeniny obecného vzorce I jsou užitečnými preemergentními a postemergentními herbicidy. Postemergentní aplikace je obvykle výhodná. Sloučeniny jsou účinné k regulaci jak širokolistých, tak travnatých plevelů. I když všechny N-(triazoloaziny)arylsulfonamidové sloučeniny obecného vzorce I jsou v rozsahu předkládaného vynálezu, stupeň herbicidní účinnosti, selektivity na plodinu a získané spektrum regulace plevelu je různé podle přítomných substituentů. Sloučeniny se mohou používat ve vyšších neselektivních dávkách pro regulaci v podstatě veškeré

vegetace v oblasti. Sloučeniny 10, 13, 14, 15, 18, 23, 26, 27, 28, 36, 37, 38, 39, 41, 50, 53, 54, 60, 63, 65, 77, 80, 81, 92, 105, 106 a 139 patří mezi sloučeniny, které jsou

zvláště zajímavé pro tyto účely. V mnoha případech mohou být sloučeniny podle vynálezu použity při nižších, selektivních dávkách pro regulaci nežádoucí vegetace v travnatých plodinách, jako je kukuřice, čirok, pšenice, ječmen a rýže a rovněž v širokolistých plodinách, jako je řepka olejná, sojové boby a bavlna. Jejich použití k regulaci selektivních travnatých plevelů, jako je psárka polní a oves hluchý a některých širokolistých plevelů v malozrnných plodinách, jako pšenice a ječmen jsou zvláště zajímavé. Sloučeniny 28, 34, 53, 96, 98, 105 a 142 patří mezi lepší sloučeniny pro tyto účely. Řada sloučenin může být použita k odstranění širokolistých plevelů z malozrnných plodin, jako je pšenice. Sloučeniny zvláštního zájmu pro tento účel zahrnují sloučeniny 1, 2, 21, 32, 43, 46, 52, 95, 109, 120, 122 a 126. Řada z těchto sloučenin je užitečná k regulaci mnoha širokolistých a travnatých plevelů v rýži. Sloučeniny zvláště zajímavé pro tyto účely zahrnují sloučeniny 167, 177, 184, 185, 187, 188, 190, 194, 195, 203, 209, 210, 220, 229, 233. Nežádoucí vegetace se může odstranit z rýže která je buď přímo setá nebo sázená a roste buď na rýžových polích nebo ve vyšších oblastech. Selektivita vůči rýži může být často zvýšena použitím ochranných činidel. Některé ze sloučenin, jako jsou sloučeniny 55 a 106 se mohou použít k odstranění širokolistých a travnatých plevelů z řepky olejné.

Pojem herbicid, jak se zde používá, znamená účinnou složku, která reguluje nebo nepříznivě modifikuje růst rostlin. Herbicidně účinné nebo vegetaci regulující množství je takové množství účinné složky, které způsobuje nepříznivě modifikující účinek a zahrnuje odchylky od normálního vývoje, zničení rostliny, regulaci, uschnutí a zpoždění růstu. Pojem rostliny a vegetace zahrnuje klíčící semena, vzešlá semena a vzrostlou vegetaci.

Herbicidní aktivita je vykazovaná sloučeninami podle předloženého vynálezu, jestliže se aplikují přímo na rostlinu

nebo na místo rostliny v jakémkoliv stupni růstu nebo před vyklíčením. Pozorovaný účinek závisí na druhu rostlin, které jsou regulovány, na stadiu růstu rostliny, na ředění použitém při aplikaci, na velikosti kapiček spreje, na velikosti částic pevných složek, na podmínkách prostředí v době použití, na specifické použité sloučenině, na použitých pomocných činidlech a nosičích, na typu půdy a na podobných okolnostech a také na množství aplikované chemikálie. Tyto a další faktory lze upravit jak je známo odborníkům z oblasti techniky, aby se podpořilo neselektivní nebo selektivní herbicidní působení. Obecně je výhodné aplikovat sloučeniny obecného vzorce I postemergentně na relativně nezralé rostliny, aby se dosáhla maximální regulace plevelů.

Pro postemergentní aplikace se obecně používají dávky od 0,001 až 1 kg/ha, pro preemergentní aplikace se používají dávky 0,01 až 2 kg/ha. Vyšší uvedené dávky obvykle poskytují neselektivní regulaci rozmanité nežádoucí vegetace. Nižší dávky typicky poskytují selektivní regulaci a prozíravým výběrem sloučenin, stanoveným časem a dávkami aplikace se mohou používat na místo, kde rostliny rostou.

Sloučeniny podle předkládaného vynálezu obecného vzorce I jsou často aplikovány ve spojení s jedním nebo více jiných herbicidů, aby se dosáhlo regulace široké rozmanitosti nežádoucí vegetace. Jestliže se použijí ve spojení s jinými herbicidy, sloučeniny nárokované podle vynálezu se formulují s jiným herbicidem nebo jinými herbicidy nebo se aplikují postupně s jiným herbicidem nebo jinými herbicidy. Některé herbicidy, které mohou být použity s příznivým výsledkem se sloučeninami podle předkládaného vynálezu zahrnují substituované triazolopyrimidin-sulfonamidové sloučeniny, jako je N-(2,6-dichlorfenyl)-5-ethoxy-7-fluor[1,2,4]triazolo-

[1,5-c]pyrimidin-2-sulfonamid (disclósulam),

N-(2-methoxykarbonyl-6-chlorfenyl)-5-ethoxy-7-fluor-

[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-sulfonamid

(cloransulam-methyl), a N-(2,6-difluorfenyl)-5-methyl[1,2,4]-triazolo[1,5-a]pyrimidin-2-sulfonamid (flumetsulam). Jako další herbicidy mohou být použity acifluorfen, bentazon, chlorimuron, clomazon, lactofen, carfentrazon-methyl, fumiclorac, flumeturon, fomesafen, imazaquin, imazethapyr, linuron, metribuzin, fluazifop, haloxyfop, glyfosfát, glufosinát, 2,4-D, acetochlor, metolachlor, sethoxydim, nicosulfuron, clopyralid, fluroxypyr, metsulfuron-methyl, amidosulfuron, tribenuron a další. Je obvykle výhodné použít sloučeniny podle předkládaného vynálezu ve spojení s takovými herbicidy, které mají podobnou selektivitu na sklizeň. Je dále výhodné aplikovat herbicidy ve stejnou dobu, buď jako kombinální formulace nebo zásobní směs.

Sloučeniny podle předkládaného vynálezu mohou být použity ve spojení s řadou známých ochranných činidel pro herbicidy, jako jsou coloquintocet, mefenpyr, furilazol, dichlormid, benoxacor, flurazol, fluxofenim, daimuron, dimepiperát, thiobencarb a fenclorim, aby se zvýšila jejich selektivita. Ochranná činidla pro herbicidy, která působí modifikací herbicidů v rostlinách zvýšením účinku oxidázy cytochrom P-450 jsou obvykle zvláště účinné. Toto je často výhodné provedení podle vynálezu. Sloučeniny podle vynálezu mohou být dále použity k regulaci nežádoucí vegetace u sklizní, které jsou snášeny herbicidy nebo jsou odolné vůči herbicidům v důsledku genetické manipulace nebo mutací a výběrem. Například mohou být ošetřeny kukuřice, pšenice, rýže, sojové boby, cukrová řepa, bavlna a ostatní plodiny, které se staly tolerantní vůči herbicidům obecně nebo vůči herbicidům, které inhibují enzym acetolacetát syntasu v sensitivních rostlinách.

Příklady provedení vynálezu

Následující příklady jsou uvedeny jako ilustrace různých aspektů tohoto vynálezu a v žádném případě neomezují

rozsah nároků.

Příklad 1

Příprava 2-propylthio-3-(trifluormethyl)anisolu

Roztok 30 ml (208 mmol) 3-(trifluormethyl)anisolu v 500 ml suchého tetrahydrofuranu se ochladí pod atmosférou dusíku na $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ a pomalu a za míchání se přidá 100 ml (250 mmol) 2,5 M butyllithia v hexanu. Načervenalý roztok se míchá při teplotě $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 1 hodiny a potom se pomalu za míchání a chlazení přidá 42 ml (270 mmol) dipropyldisulfidu. Vzniklá směs se nechá ohřát na okolní teplotu v průběhu 18 hodin. Směs se ochladí 250 ml nasyceného vodného roztoku chloridu amonného. Získaná organická fáze se suší nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Žlutý olejovitý zbytek se frakčně destiluje na Vigreuxově koloně při 0,2 mm Hg a získá se 37 g (71 % theorie) čirého kapalného produktu vroucího při teplotě $92\text{ }^{\circ}\text{C}$. Frakce obsahuje 82 % sloučeniny uvedené v názvu, 10 % isomeru 2-propylthio-5-(trifluormethyl)anisolu.

Elementární analýza $\text{C}_{31}\text{H}_{13}\text{F}_3\text{OS}$

vypočteno: 52,8 % C; 5,24 % H; 12,8 % S

nalezeno: 52,7 % C; 5,11 % H; 11,9 % S

NMR: ^1H (CDCl_3): 7,02 (m, 3H), 3,96 (s, 3H), 2,83 (t, 2H, $J=7,4$), 1,54 - 1,04 (m, 2H), 0,93 (t, 3H, $J = 7,4$).

Příklad 2

Příprava 2-(benzylthio)anisolu

Roztok 25,0 g (178 mmol) 2-methoxythiofenolu v 50 ml suchého tetrahydrofuranu se přidává po kapkách a při teplotě $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ a za míchání ke směsi 22,0 g (196 mmol) terc. butoxidu draselného a 100 ml tetrahydrofuranu. Potom se přidá za míchání a chlazení roztok 25 ml (214 mmol) benzylchloridu v

50 ml tetrahydrofuranu a směs se nechá ohřát na okolní teplotu a míchá se dále po dobu 18 hodin. Vzniklá směs se koncentruje odpařením za sníženého tlaku a zbytek se zředí 300 ml dichlormethanu. Roztok se promyje vodou, zředí se nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Zbytek tvoří sloučenina uvedená v názvu jako bílá pevná látka s teplotou tání 69 až 70 °C.

Elementární analýza $C_{14}H_{14}OS$

vypočteno: 73,0 % C; 6,13 % H; 13,9 % S

nalezeno: 73,0 % C; 6,13 % H; 13,7 % S

NMR: 1H ($CDCl_3$): 7,2 (m, 7H), 6,8 (m, 2H), 3,90 (s, 3H).

Příklad 3

Příprava methyl 2-propylthio-3-methoxybenzoátu

Roztok 65,3 g (318 mmol) 3-(4,4-dimethyloxazolin-2-yl)anisolu ve 400 ml suchého tetrahydrofuranu se ochladí na teplotu -70 °C a potom se přidá za chlazení a míchání 165,5 ml (414 mmol) 2,5 M butyllithia. Červenofialový roztok se ohřeje na teplotu -90 °C a míchá se 90 minut. Potom se ochladí na teplotu -70 °C a po kapkách a za míchání a chlazení se přidá roztok 62,2 g (414 mmol) diisopropyldisulfidu ve 100 ml suchého tetrahydrofuranu. Vzniklá směs se nechá ohřát na okolní teplotu během 90 minut a získaná světle růžová mléčná suspenze se neutralizuje 300 ml nasyceného vodného roztoku chloridu amonného. Fáze se oddělí a organická fáze se suší nad síranem hořečnatým, filtruje se a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Zbýlý zlatý olej se frakčně destiluje při 0,6 mm Hg v 2 x 10 cm Vigreuxově koloně a získá se 76,0 g (86 % theorie) 2-propylthio-3-(4,4-dimethyloxazolin-2-yl)anisolu jako světle žlutý olej, vroucí při teplotě 155 až 157 °C (0,6 mm Hg).

NMR: 1H ($CDCl_3$): 7,25 (t, 1H, $J=7,8$), 7,06 (dd, 1H, $J=7,6$, 1,3), 6,90 (dd, 1H, $J=8,3$, 1,2), 4,09 (s, 2H), 3,87 (s, 3H), 2,76 (t, 2H, $J=7,2$), 1,44 (m, 2H), 1,37 (s, 6H), 0,89 (t, 3H,

$J=7,4$).

Suspenze 58,2 g (209 mmol) 2-propylthio-3-(4,4-dimethyloxazolin-2-yl)anisolu v 6N vodné kyselině chlorovodíkové se zahřívá při refluxu a za míchání po dobu 18 hodin. Vzniklý homogenní roztok se extrahuje 3 x 100 ml diethyletheru a spojené extrakty se suší nad síranem hořečnatým, filtrují se a koncentrují se odpařením za sníženého tlaku. Vzniklý jantarový olej se čistí mžikovou chromatografií na silikagelu za použití směsi hexanu a ethylacetátu jako elučního činidla. Frakce obsahující produkt se spojí a koncentrují se odpařením za sníženého tlaku a získá se 38,7 g (82 % theorie) 2-propylthio-3-methoxybenzoové kyseliny jako viskózní zlatý olej.

NMR: ^1H (CDCl_3): 12,3 (šs, 1H), 7,55 (dd, 1H, $J=7,8, 1,1$), 7,33 (t, 1H, $J=8,1$), 7,01 (dd, 1H, $J=8,3, 0,9$), 3,88 (s, 3H), 2,80 (t, 2H, $J=7,5$), 1,49 (m, 2H), 0,90 (t, 3H, $J=7,3$).

Suspenze 38,1 g (169 mmol) 2-propylthio-3-methoxybenzoové kyseliny ve 100 g (843 mmol) thionylchloridu se míchá při okolní teplotě po dobu 18 hodin. Vzniklý roztok se koncentruje odpařením za sníženého tlaku a získá se 39,7 g surového chloridu kyseliny. 8,7 g (36 mmol) tohoto chloridu se rozpustí ve 100 ml suchého methanolu, roztok se ochladí na teplotu 0 °C a za míchání a chlazení se přidá 4,7 g (46 mmol) triethylaminu. Směs se nechá ohřát v průběhu 18 hodin a za míchání na okolní teplotu. Vzniklá směs se koncentruje odpařením za sníženého tlaku a tmavý, olejovitý zbytek se rozpustí v 250 ml diethyletheru. Etherový roztok se promyje 2 x 200 ml vody, suší se nad síranem hořečnatým, filtruje se a po odpaření za sníženého tlaku se získá 8,4 g (99 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako tmavý olej.

NMR: ^1H (CDCl_3): 7,26 (t, 1H, $J=8,2$), 7,03 (d, 1H, $J=8,4$), 6,92 (d, 1H, $J=8,2$), 3,87 (s, 3H), 2,77 (t, 2H, $J=7,4$), 1,45 (m, 2H), 0,89 (t, 3H, $J=7,4$).

Příklad 4

Příprava 2-methoxy-3-propylthio-4-(trifluormethyl)pyridinu

Roztok připravený přidáním 110 ml (154 mmol) 1,4 M methyllithia v diethyletheru do 70 ml tetrahydrofuranu pod atmosférou dusíku se ochladí v lázni suchého ledu a acetonu a přidá se k němu za chlazení a míchání 12,4 g (70 mmol) 2-methoxy-4-(trifluormethyl)pyridinu a 0,92 ml (7 mmol) diisopropylaminu. Směs se nechá ohřát na teplotu -40°C a potom se znovu ochladí v lázni suchého ledu a acetonu. Za míchání a chlazení se přidá po kapkách dipropyldisulfid (33 ml, 210 mmol). Vzniklá směs se nechá ohřát na teplotu místnosti a a potom se zředí 150 ml vody a extrahuje se diethyletherem. Etherový extrakt se suší nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Hnědý olej se čistí chromatografií na silikagelu za použití elučního činidla směsi hexanu a ethylacetátu a získá se 14,1 g (80 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako světle žlutý olej.

Elementární analýza $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{NF}_3\text{OS}$

vypočteno: 47,8 % C; 4,81 % H; 5,57 % N; 12,8 % S

nalezeno: 48,1 % C; 5,33 % H; 5,33 % N; 12,7 % S

NMR: ^1H (CDCl_3): 8,18 (d, 1H, $J=5,7$), 7,12 (d, 1H, $J=5,7$), 4,00 (s, 3H), 2,85 (t, 2H, $J=7,4$), 1,47 - 1,46 (m, 2H), 0,93 (t, 3H, $J=7,2$).

Podobně se připraví následující 3-propylthiopyridinové sloučeniny:

2-Methoxy-3-propylthiopyridin - bezbarvý olej vroucí při teplotě 80°C při 0,3 mm Hg; elementární analýza $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{OS}$

vypočteno: 59,0 % C; 7,15 % H

nalezeno: 59,1 % C; 7,12 % H

2-Chlor-4-methoxy-3-propylthiopyridin - čirý olej

NMR: ^1H (CDCl_3): 8,21 (d, 1H, $J=5,6$), 6,77 (d, 1H, $J=5,6$), 3,97 (s, 3H), 2,85 (t, 2H, $J=7,5$), 1,57 - 1,50 (m, 2H), 0,99 (t, 3H, $J=7,3$) a

4-Chlor-2-methoxy-3-propylthiopyridin - žlutý olej

NMR: ^1H (CDCl_3): 7,96 (d, 1H, $J=5,2$), 6,98 (d, 1H, $J=5,6$), 4,02 (s, 3H), 2,88 (t, 2H, $J=7,3$), 1,54 - 1,57 (m, 2H), 0,96 (t, 3H, $J=7,8$).

Příklad 5

Příprava 2-methoxy-6-(trifluormethyl)benzensulfonylchloridu

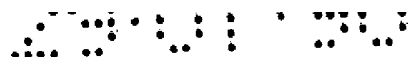
Směs obsahující 20,0 g (80 mmol) 82:10:8 směsi 2-propylthio-3-(trifluormethyl)anisolu : 2-propylthio-5-(trifluormethyl)anisolu : neznámé látky, 250 ml chloroformu a 125 ml vody se ochladí na teplotu 0 °C v ledové lázni a pomalu a za míchání se přidá 21,6 g (305 mmol) plynného chloru. Po 2,5 hodinách se organická fáze oddělí, suší se přes síran hořečnatý a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Zbylý čirý olej se smíchá se 100 ml pentanu a směs se nechá stát při okolní teplotě po dobu 18 hodin a po chlazení na 3 hodiny olej krystaluje. Pevné látky se seberou filtrací a získá se 11,9 g (54 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako bílé krystaly tající při teplotě 86 až 88 °C.

NMR: ^3H (CDCl_3): 7,8 (dd, 1H, $J=7,9, 8,6$), 7,53 (d, 1H, $J=7,9$), 7,46 (d, 1H, $J=8,6$), 4,1 (s, 3H).

Příklad 6

Příprava 2-methoxybenzensulfonylchloridu

Roztok 34,1 g (149 mmol) 2-(benzylthio)anisolu v 300 ml chloroformu se spojí se 150 ml vody a směs se ochladí v ledové lázni. Potom se přidá plynný chlor (39 g, 550 mmol) za chlazení a míchání takovou rychlostí, aby teplota zůstala pod



5 °C. Ledová lázeň se odstaví a žlutá směs se nechá ohřát na okolní teplotu a míchá se 18 hodin. Vrstvy se oddělí a chloroformová vrstva se suší nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Zbylý olej stáním krystaluje a získá se 21,3 g (69 % theorie) bílých krystalů sloučeniny uvedené v názvu, tající při teplotě 52 až 53 °C.

NMR: ^1H (CDCl_3): 7,93 - 7,76 (m, 1H), 7,70 - 7,65 (m, 1H), 7,13 - 7,06 (m, 1H), 4,0 (s, 3H).

Příklad 7

Příprava methyl 2-chlorsulfonyl-3-methoxybenzoátu

Připraví se směs 7,8 g (32 mmol) methyl 3-methoxy-2-propylthiobenzoátu, 2,3 g (130 mmol) vody a 30 ml ledové kyseliny octové a směs se ohřeje na teplotu 45 °C. Za míchání se přidá plynný chlorovodík (7,6 g, 107 mmol). Tmavá směs se stane světle oranžovou a teplota se zvýší na 75 °C. Po jedné hodině se směs vlije do 600 ml ledu a vody a míchá se dokud všechen led neroztaje. Pevné látky se odfiltrují a rozpustí se v 500 ml diethyletheru. Etherový roztok se suší nad síranem hořečnatým, filtruje se a koncentruje odpařením za sníženého tlaku. Pevný zbytek se čistí mžikovou chromatografií na silikagelu za použití směsi hexanu a ethylacetátu jako elučního činidla. Frakce obsahující produkt se spojí a koncentrují se odpařením za sníženého tlaku a získá se 5,32 g (62 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu, jako světle růžová pevná látka tající při teplotě 106,5 až 108,5 °C.

Elementární analýza $\text{C}_9\text{H}_9\text{ClO}_5\text{S}$

vypočteno: 40,8 % C; 3,43 % H; 12,1 % S

nalezeno: 40,7 % C; 3,62 % H; 11,8 % S

NMR: ^1H (CDCl_3): 7,68 (t, 1H, $J=8,0$), 7,21 (d, 1H, $J=8,7$), 7,03 (d, 1H, $J=7,5$), 4,05 (s, 3H), 3,90 (s, 3H).

Příklad 8

Příprava 2,6-dimethoxybenzensulfonylchloridu

Připraví se roztok 15,0 g (108 mmol) 1,3-dimethoxybenzenu a 13,8 g (119 mmol) N,N,N',N'-tetramethyldiaminu v 225 ml suchého petroletheru, směs se ochladí na teplotu 0 °C a potom se za chlazení a míchání přidá 47,5 ml (119 mmol) 2,5 M butyllithia v hexanu. Po jedné hodině se směs ochladí na okolo -72 °C a za míchání se přidá okolo 70 g (1 mol) oxidu siřičitého ve formě nasyceného roztoku ve 100 ml diethyletheru. Vzniklá světle žlutá směs se ohřeje na teplotu 10 °C v průběhu 2 hodin, vzniklá lepivá žlutá pevná látka se sebere filtrací a promyje se několika díly suchého diethyletheru. Pevné látky se suspendují ve 400 ml suchého hexanu, suspenze se ochladí na teplotu 0 °C a za míchání a chlazení se přidá 14,6 g (108 mmol) sulfurylchloridu jako roztok v 200 ml suchého hexanu. Po 45 minutách při teplotě 0 °C se vzniklá růžová pevná látka sebere filtrací, promyje se studeným hexanem a rozpustí se v diethyletheru. Vzniklý roztok se promyje 3 x 150 ml studené vody, suší se nad síranem hořečnatým, filtruje se a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku a získá se 19,4 g (76 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako světle žlutá krystalická látka tající při teplotě 89 až 91 °C.

NMR: ^1H (CDCl_3): 7,51 (t, 1H, J=8,5), 6,64 (d, 2H, J=8,5), 3,92 (s, 6H).

Podobně se připraví následující sloučenina:

2,4-Dimethoxypyridin-3-sulfonylchlorid - hnědá pevná látka, tající při teplotě 118 až 120 °C

NMR: ^1H (CDCl_3): 8,26 (d, 1H, J=5,9), 6,66 (d, 1H, J=5,9), 4,11 (s, 3H), 4,05 (s, 3H).

Příklad 9

Příprava 2-ethoxy-5-methylbenzensulfonylchloridu

Roztok 6,8 g (50 mmol) 4-ethoxytoluenu v 20 ml dichlormethanu se přidá za chlazení a míchání k roztoku 10 ml (150 mmol) chlorsulfonové kyseliny při teplotě 0 °C. Směs se míchá 1 hodinu při teplotě 0 °C a potom se ohřeje na teplotu okolí a míchá se další hodinu. Vzniklý hnědý roztok se vlije do 200 ml ledové vody a směs se extrahuje dichlormethanem. Extrakt se suší přes síran hořečnatý a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Zbytek 7,9 g (68 procent theorie) tvoří světle hnědá pevná látka sloučeniny uvedené v názvu, tající při teplotě 59 až 61 °C.

NMR: ^1H (CDCl_3): 7,71 (d, 1H, $J=2,2$), 7,4 (dd, 1H, $J=8,5$, 2,2), 6,95 (d, 1H, $J=8,5$), 4,23 (q, 2H, $J=7,0$), 1,49 (t, 3H, $J=7,0$).

Příklad 10

Příprava 2-methoxy-4-(trifluormethylpyridin)-3-sulfonylchloridu

50 ml vody se spojí s roztokem 7,0 g (28 mmol) 2-methoxy-3-propylthio-4-(trifluormethyl)pyridinu ve 100 ml dichlormethanu a směs se ochladí v ledové lázni. Pomalu a za míchání se přidá plynný chlor (5,1 ml, 112 mmol). Směs se potom nechá ohřát na okolní teplotu a míchá se po dobu 3 hodin. Vrstvy se oddělí a organická vrstva se suší nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku.

Žlutý olejovitý zbytek se čistí chromatografií na silikagelu za použití směsi hexanu a ethylacetátu jako elučního činidla. Frakce obsahující produkt se spojí a koncentrují se odpařením za sníženého tlaku a získá se 4,9 g (64 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako světle žlutý olej.

NMR: ^1H (CDCl_3): 8,6 (d, 1H, $J=5,4$), 7,4 (d, 1H, $J=5,4$), 4,2 (s, 3H).

29.11.90

Hmotnostní spektrum má základní pík M^+ 275.

Podobně se připraví následující pyridin-3-sulfonylchloridové sloučeniny:

4-Chlor-2-methoxypyridin-3-sulfonylchlorid

NMR: 1H ($CDCl_3$): 8,23 (d, 1H, $J=5,6$), 7,11 (d, 1H, $J=5,2$), 4,17 (s, 3H)

Hmotnostní spektrum má základní pík M^+ 275

2-Chlor-4-methoxypyridin-3-sulfonylchlorid - hnědá krystalická pevná látka

NMR: 1H ($CDCl_3$): 8,47 (d, 1H, $J=5,9$), 7,03 (d, 1H, $J=5,9$), 4,13 (s, 3H) a

2-Methoxypyridin-3-sulfonylchlorid - čirý olej

NMR: 1H ($CDCl_3$): 8,46 - 8,44 (dd, 1H, $J=1,9, 4,9$), 8,22 - 8,19 (dd, 1H, $J=1,9, 7,8$), 7,08 - 7,04 (dd, 1H, $J = 4,9, 7,8$), 4,16 (s, 3H).

Příklad 11

Příprava 2-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)benzensulfonylchloridu

Roztok 3,8 g (55 mmol) dusitanu sodného v 6 ml vody se přidá pomalu a za chlazení a míchání ke směsi 12,3 g (50 mmol) 2-(1,1,2,2-tetrafluorethoxy)anilinu, 18 ml koncentrované vodné kyseliny chlorovodíkové a 5 ml kyseliny octové, která byla předem ochlazená na $-10\text{ }^{\circ}C$. Po 15 minutách se vzniklá směs přidá po částech k $-10\text{ }^{\circ}C$ roztoku 1,3 g (18 mmol) chloridu měďného a 0,5 g (4 mmol) chloridu měďnatého v 50 ml kyseliny octové nasycené oxidem siřičitým (více než 12 g). Směs se potom zahřeje na teplotu okolí a míchá se 90 minut a potom se vlije do ledu. Získaná směs se extrahuje diethyletherem a extrakt se promyje vodou, suší nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku.

Zbytek se chromatografuje na silikagelu eluováním směsí hexanu a ethylacetátu. Frakce obsahující produkt se spojí a koncentrují se odpařením za sníženého tlaku a získá se 11,0 g (75 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako žlutý olej.

NMR: ^1H (CDCl_3): 8,07 (dd, 1H, $J=1,7, 8,0$), 7,76 (ddd, 1H, $J=1,7, 7,8, 8,1$), 7,59 (dd, 1H, $J=1,2, 8,1$), 7,45 (ddd, 1H, $J=1,2, 7,8, 8,0$), 6,05 (tt, 1H, $J=4,0, 53,0$).

Hmotnostní spektrum má základní pík M^+ 292.

Příklad 12

Příprava hydrobromidu 3-amino-8-chlor-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu

Roztok 40 ml (120 mmol) 3 molárního bromkyanu v dichlormethanu se spojí při teplotě okolí a za míchání s 19,0 g (100 mmol) 5-chlor-4-hydrazino-2-methylthiopyrimidinu a 200 ml suchého isopropylalkoholu. Vzniklá směs se míchá 18 hodin a potom se zředí 500 ml diethyletheru. Pevná látka se odfiltruje, suší a získá se teoretické množství sloučeniny uvedené v názvu jako žlutá pevná látka, tající při teplotě 250 °C.

Elementární analýza $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_5\text{BrClS}$

vypočteno: 24,3 % C; 2,30 % H; 23,6 % N; 10,8 % S

nalezeno: 26,1 % C; 2,69 % H; 24,0 % N; 12,2 % S.

NMR ^1H (DMSO- d_6): 7,80 (s, 1H), 2,67 (s, 3H), ^{13}C : 150,96, 147,90, 143,10, 138,38, 113,16, 14,22.

Podobně se připraví následující 3-amino[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinové sloučeniny:

Hydrobromid 3-amino-8-fluor-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu - žlutá pevná látka, tající při teplotě 168 až 170 °C.

Elementární analýza $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_5\text{BrFS}$

vypočteno: 25,7 % C; 2,51 % H; 25,0 % N; 11,4 % S

29.11.1980

nalezeno: 25,7 % C; 2,52 % H; 25,0 % N; 11,5 % S.

Hydrobromid 3-amino-8-methoxy-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu - hnědá pevná látka, tající při teplotě 180 až 182 °C.

Elementární analýza $C_7H_{10}N_5BrOS$

vypočteno: 28,8 % C; 3,45 % H; 24,0 % N; 11,0 % S

nalezeno: 29,0 % C; 3,44 % H; 23,9 % N; 11,1 % S.

Hydrobromid 3-amino-8-jodo-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu - žlutá pevná látka, tající při teplotě 197 až 199 °C.

Elementární analýza $C_6H_7N_5BrIS$

vypočteno: 18,6 % C; 1,82 % H; 18,1 % N; 8,26 % S

nalezeno: 19,0 % C; 2,28 % H; 18,0 % N; 8,54 % S.

Hydrobromid 3-amino-8-bromo-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu - žlutá pevná látka, tající při teplotě 193 až 195 °C.

Elementární analýza $C_6H_7N_5Br_2S$

vypočteno: 21,1 % C; 2,07 % H; 20,5 % N; 9,40 % S

nalezeno: 21,3 % C; 2,14 % H; 20,6 % N; 9,33 % S.

Hydrobromid 3-amino-8-methyl-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu - žlutá pevná látka, tající při teplotě 234 až 236 °C.

Elementární analýza $C_6H_{10}N_5BrS$

vypočteno: 30,6 % C; 3,30 % H; 25,5 % N; 11,7 % S

nalezeno: 30,7 % C; 3,52 % H; 25,3 % N; 11,5 % S.

Hydrobromid 3-amino-8-ethoxy-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu - žlutý prášek, tající při teplotě 160 až 163 °C a

Hydrobromid 5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu - hnědá pevná látka

NMR: ^1H (DMSO- d_6): 7,52 (d, 1H, $J=6,6$), 7,13 (d, 1H, $J=6,7$), 6,08 (s, 2H), 2,61 (s, 3H).

Příklad 13

Příprava 2-amino-8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]-pyrimidinu

Připraví se směs 15,0 g (51 mmol) hydrobromidu 3-amino-8-chlor-5-methylthio[1,2,4]triazolo[4,3-c]pyrimidinu, 8,2 ml (76 mmol) ethylakrylátu a 150 ml methanolu a směs se ochladí v ledové lázni. Potom se pomalu a za míchání a chlazení přidá k této směsi roztok 17 ml (76 mmol) 4,5 molárního methoxidu sodného v methanolu. Po skončení přidávání se směs nechá ohřát na okolní teplotu a míchá se 18 hodin. Potom se neutralizuje 2,0 ml kyseliny octové. Vzniklé pevné látky se odfiltrují, promyjí se diethyletherem a po vysušení se získá 7,7 g (75 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako hnědý prášek, tající při teplotě nad 250 °C.

Elementární analýza $\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_5\text{ClO}$

vypočteno: 36,1 % C; 3,03 % H; 35,1 % N

nalezeno: 36,1 % C; 3,19 % H; 34,8 % N.

NMR: ^1H (DMSO- d_6): 8,0 (s, 1H), 6,6 (šs, 2H), 4,1 (s, 3H); ^{13}C 166,40, 151,65, 147,73, 140,95, 108,57, 56,12.

Podobně se připraví následující 2-amino[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyridinové sloučeniny:

2-Amino-8-fluor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin - hnědé tyčinky tající při teplotě nad 230 °C.

Elementární analýza $\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_5\text{FO}$

vypočteno: 39,4 % C; 3,30 % H; 38,2 % N

nalezeno: 39,5 % C; 3,28 % H; 37,7 % N.

2-Amino-5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin -

29.07.95

hnědý prášek tající při teplotě 201 až 203 °C.

Elementární analýza $C_7H_9N_5O_2$

vypočteno: 43,1 % C; 4,65 % H; 35,9 % N

nalezeno: 43,2 % C; 4,67 % H; 35,6 % N.

2-Amino-7-fluor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin -

hnědý prášek tající při teplotě nad 250 °C.

Elementární analýza $C_6H_6N_5FO$

vypočteno: 39,4 % C; 3,30 % H; 38,2 % N

nalezeno: 39,6 % C; 3,31 % H; 38,2 % N.

2-Amino-8-jod-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin -

hnědá pevná látka, tající při teplotě nad 250 °C.

Elementární analýza $C_6H_6N_5IO$

vypočteno: 24,8 % C; 2,08 % H; 24,1 % N

nalezeno: 25,0 % C; 1,96 % H; 23,8 % N.

2-Amino-8-methyl-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin -

hnědá pevná látka, tající při teplotě nad 250 °C.

Elementární analýza $C_7H_9N_5O$

vypočteno: 46,9 % C; 5,06 % H; 39,1 % N

nalezeno: 46,7 % C; 4,84 % H; 39,1 % N.

2-Amino-8-ethoxy-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin -

hnědá pevná látka, tající při teplotě 190 až 191 °C a

2-Amino-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin -

hnědá pevná látka, tající při teplotě nad 250 °C

NMR: 1H (DMSO- d_6): 7,82 (d, 1H, $J=6,3$), 7,03 (d, 1H, $J=6,1$),

6,31 (s, 2H), a 4,12 (s, 3H).

Příklad 14

Příprava 2-(N-trimethylsilylamino)-8-chlor-5-methoxy[1,2,4]-
triazolo[1,5-c]pyrimidinu

29.01.99

Směs 12,7 g (85 mmol) jodidu sodného v 425 ml suchého acetonitrilu se připraví pod atmosférou dusíku v předem vysušené 2 l nádobě a k této směsi se přidá injekční stříkačkou za míchání 9,25 g (10,8 ml, 85 mmol) chlortrimethylsilanu. Po 10 minutách se za míchání přidá 17,0 g (85 mmol) 2-amino-8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]-pyrimidinu a 8,62 g (11,9 ml, 85 mmol) triethylaminu. Směs se nechá reagovat při teplotě okolí za míchání 12 hodin a potom se zředí 500 ml suchého diethyletheru. Vysrážené soli se odstraní filtrací na suchém skleněném filtru a filtrát se koncentruje odpařením za sníženého tlaku. Zbytek se zředí dalšími 500 ml suchého diethyletheru, soli se odstraní a postup se opakuje. Sloučenina uvedená v názvu se získá jako pevný zbytek v množství 19,5 g (84 % theorie).

Příklad 15

Příprava (N-(8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]-pyrimidin-2-yl)-2-methoxy-6-(trifluormethyl)benzensulfonamidu

Připraví se roztok 19,5 g (72 mmol) 2-(N-trimethylsilylamino)-8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinu, rozpuštěný ve 150 ml suchého acetonitrilu a při teplotě okolí a za míchání se k němu přidá pod atmosférou dusíku 27,5 g (100 mmol) 2-methoxy-6-(trifluormethyl)benzensulfonylchloridu. K této směsi se potom postupně přidá za míchání 6,7 g (6,9 ml, 85 mmol) suchého pyridinu, 0,66 g (0,60 ml, 8,5 mmol) suchého dimethylsulfoxidu a 13,7 g (85 mmol) fluoridu cesného. Směs se nechá reagovat po dobu 8 hodin a potom se přítomné pevné látky odstraní filtrací. Tyto pevné látky se smíchají na kaši s 0,38% vodnou kyselinou chlorovodíkovou, odfiltrují se a znovu se smíchají na kaši ve 100 ml methanolu a znovu se odfiltrují. Získaná bílá pevná látka se suší a získá se 21,3 g (60 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu, tající při teplotě 216 až 217 °C.

Elementární analýza $C_{14}H_{11}N_5ClF_3O_4S$



vypočteno: 38,4 % C; 2,53 % H; 16,0 % N

nalezeno: 38,6 % C; 2,50 % H; 16,1 % N.

Příklad 16

Příprava (N-(8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]-pyrimidin-2-yl)-2,6-dimethoxybenzensulfonamidu

Připraví se suspenze 0,80 g (4,0 mmol) 2-amino-8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinu v 15 ml suchého acetonitrilu a za míchání a udržování suchého systému se přidá při teplotě okolí 1,90 g (8,0 mmol) 2,6-dimethoxybenzensulfonylchloridu, 0,63 g (8,0 mmol) suchého pyridinu a 0,08 g (1 mmol) suchého dimethylsulfoxidu. Po 18 hodinách se přidá dalších 0,32 g suchého pyridinu a po dalších 18 hodinách dalších 0,08 g suchého dimethylsulfoxidu. Po 1 hodině se směs zředí 350 ml dichlormethanu a vzniklá směs se promyje 3 x 150 ml vody, suší se nad síranem hořečnatým, filtruje a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Oranžový olejový zbytek se rozetře s diethyletherem a získá se sloučenina uvedená v názvu jako světle žlutá pevná látka, po sušení v množství 1,41 g (88 % theorie), tající při teplotě 215,5 až 217,5 °C.

Elementární analýza $C_{14}H_{14}N_5ClO_5S$

vypočteno: 42,1 % C; 3,53 % H; 15,5 % N; 8,02 % S

nalezeno: 42,2 % C; 3,62 % H; 17,1 % N; 7,70 % S.

NMR: 1H (DMSO- d_6): 11,74 (s, 1H), 8,10 (s, 1H), 7,44 (t, 1H, $J=8,5$), 6,75 (d, 2H, $J=8,4$), 4,11 (s, 3H), 3,88 (s, 3H), 3,77 (s, 6H).

Příklad 17

Příprava 2-karbomethoxy-6-methoxy-(N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamidu

Připraví se 0,70 g (3,5 mmol) 2-amino-5,8-dimethoxy-

[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinu v 15 ml suchého acetonitrilu a za míchání a při udržování suchého systému se při okolní teplotě přidá 1,84 g (7,0 mmol) methyl 2-chlorsulfonyl-3-methoxybenzoátu, 0,55 g (7,0 mmol) suchého pyridinu a 0,07 g (0,9 mmol) suchého dimethylsulfoxidu. Po 18 hodinách se přidá dalších 0,92 g suchého pyridinu a 0,07 g suchého dimethylsulfoxidu a po dalších 36 hodinách se přidá dalších 0,92 g suchého pyridinu a po dalších 18 hodinách se přidá 0,92 g suchého pyridinu a dalších 0,07 g suchého dimethylsulfoxidu. Po 18 hodinách se směs zředí 300 ml dichlormethanu. Organická fáze se oddělí a promyje se 2 x 200 ml vody a 2 x 200 ml 2N vodné kyseliny chlorovodíkové, suší se nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Pevný zbytek se rozetře s diethyletherem a získá se sloučenina uvedená v názvu jako bílá pevná látka, čistoty 80 %. Tato pevná látka se chromatografuje dvakrát na silikagelové koloně eluováním směsí dichlormethanu, ethanolu a kyseliny octové jako mobilní fází (která je z velké části neúspěšná) a potom se rekrystaluje z horkého methanolu. Získá se 0,724 g (19 % theorie) produktu ve formě lesklých bílých tyčinek, tajících při teplotě 215 až 217 °C.

Elementární analýza $C_{16}H_{17}N_5O_7S$

vypočteno: 45,4 % C; 4,05 % H; 16,5 % N; 7,57 % S

nalezeno: 44,7 % C; 3,96 % H; 16,2 % N; 7,93 % S.

NMR: 1H (DMSO- d_6): 11,76 (s, 1H), 7,60 (t, 1H, $J=8,3$), 7,28 (d, 1H, $J=8,3$), 7,05 (d, 1H, $J=7,6$), 4,07 (s, 3H), 3,88 (s, 3H), 3,81 (s, 3H), 3,78 (s, 3H).

Příklad 18

Příprava 2,6-dimethoxy-(N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo-[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamidu

Připraví se suspenze 0,80 g (4,1 mmol) 2-amino-5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinu v 15 ml suchého acetonitrilu a přidá se při okolní teplotě za míchání a

29.07.99

udržování systému v suchu 1,94 g (8,2 mmol) 2,6-dimethoxybenzensulfonylchloridu, 0,65 g (8,2 mmol) suchého pyridinu a 0,08 g (1 mmol) suchého dimethylsulfoxidu. Po 24 hodinách se směs zředí 200 ml dichlormethanu. Organická fáze se oddělí a promyje se 2 x 200 ml vody a 2 x 200 ml 2N vodné kyseliny chlorovodíkové, suší se nad síranem hořečnatým, filtruje a koncentruje odpařením za sníženého tlaku. Oranžový pevný zbytek se rozpustí v 5 ml dichlormethanu a potom se za míchání přidá po kapkách diethylether. Šedá pevná látka se filtruje, promyje se etherem a suší se při teplotě 50 °C za sníženého tlaku a získá se 1,11 g (68 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu, jako ne zcela bílá pevná látka, tající při teplotě 239 až 240,5 °C.

Elementární analýza $C_{15}H_{17}N_5O_6S$

vypočteno: 45,6 % C; 4,33 % H; 17,7 % N

nalezeno: 45,7 % C; 4,19 % H; 17,6 % N.

NMR: 1H (DMSO- d_6): 11,54 (s, 1H), 7,55 (s, 1H), 7,44 (t, 1H, $J=8,4$), 6,74 (d, 2H, $J=8,4$), 4,06 (s, 3H), 3,88 (s, 3H), 3,76 (s, 6H).

Příklad 19

Příprava 2-methoxy-5-methyl-(N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]-triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamidu

Připraví se směs 1,0 g (5,1 mmol) 2-amino-5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinu, 2,1 g (10 mmol) 2-methoxy-5-methylbenzensulfonylchloridu a 15 ml suchého acetonitrilu a ke směsi se přidá při teplotě okolí a za míchání a udržování systému v suchu 0,8 ml (10 mmol) suchého pyridinu a 71 mikrolitrů (1 mmol) suchého dimethylsulfoxidu. Směs se míchá 18 hodin a potom se přidá další 1,0 g (5,0 mmol) 2-methoxy-5-methylbenzensulfonylchloridu. Míchání

pokračuje 24 hodin a potom se přidá dalších 0,4 ml suchého pyridinu a 35 mikrolitrů suchého dimethylsulfoxidu. Po míchání po dobu 9 dnů se odstraní těkavé podíly odpařením za

29.07.95

sníženého tlaku. Tmavý zbytek se zředí 50 ml vody a 50 ml diethyletheru a pevná látka se odfiltruje. Pevná látka se rozmíchá na kaši v dichlormethanu a po 2 hodinách míchání se odfiltruje a získá se 1,2 g (63 %) sloučeniny uvedené v názvu jako bílý prášek tající při teplotě 217 až 219 °C.

Elementární analýza $C_{15}H_{17}N_5O_5S$

vypočteno: 47,5 % C; 4,52 % H; 18,5 % N; 8,45 % S

nalezeno: 47,7 % C; 4,61 % H; 18,3 % N; 8,80 % S.

NMR: 1H (DMSO- d_6): 12,0 (šs, 1H), 8,1 (s, 1H), 7,7 (t, 1H, $J=8,2$), 7,56 - 7,52 (m, 2H), 4,06 (s, 3H), 4,1 (s, 3H), 3,9 (s, 3H).

Příklad 20

Příprava N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)-2-methoxy-4-(trifluormethyl)pyridin-3-sulfonamidu

Připraví se směs 0,75 g (93,8 mmol) 2-amino-5-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinu, 2,1 g (7,6 mmol) 2-methoxy-4-(trifluormethyl)pyridin-3-sulfonylchloridu a 10 ml suchého acetonitrilu a ke směsi se přidá při teplotě okolí za míchání a s vyloučením vlhkosti ze systému 0,61 ml (7,6 mmol) suchého pyridinu, 43 mikrolitrů (0,6 mmol) suchého dimethylsulfoxidu a malé množství suchých molekulárních sít 4A. Směs se míchá 5 dnů. Potom se přidá další 1,0 g (3,4 mmol) 2-methoxy-4-(trifluormethyl)pyridin-3-sulfonylchloridu a 0,30 ml (3,5 mmol) suchého pyridinu a směs se míchá další 2 dny. Přidají se další 0,30 ml (3,5 mmol) suchého pyridinu a míchání pokračuje po dobu 4 dnů. Směs se potom zředí 100 ml dichlormethanu a vzniklá směs se promyje 2 x 100 ml 2N vodné kyseliny chlorovodíkové, suší se nad síranem hořečnatým a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Pevný zbytek se chromatografuje na silikagelu

eluováním směsí dichlormethanu a ethanolu a získá se 0,90 g (54 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako bílá pevná látka, tající při teplotě 214 až 216 °C.

29.07.98

Elementární analýza $C_{14}H_{13}N_6F_3O_5S$

vypočteno: 38,7 % C; 3,02 % H; 19,4 % N; 7,38 % S

nalezeno: 38,5 % C; 3,15 % H; 19,4 % N; 7,43 % S.

NMR: 1H (DMSO- d_6): 12,3 (šs, 1H), 8,64 (d, 1H, $J=5,3$), 7,60 - 7,58 (m, 2H), 4,06 (s, 3H), 3,95 (s, 3H), 3,86 (s, 3H).

Příklad 21

Příprava 2-methoxykarbonyl-6-methoxy-(N-(5-chlor-8-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)benzensulfonamidu

Připraví se směs 0,90 g (4,5 mmol) 2-amino-5-chlor-8-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridinu a 35 ml suchého acetonitrilu a k této směsi se přidá za míchání a při teplotě okolí a při udržování systému v suchu 2,39 g (9,06 mmol) methyl 2-chlorsulfonyl-3-methoxybenzoátu, 0,72 g (9,1 mmol) suchého pyridinu a 0,71 g (0,91 mmol) dimethylsulfoxidu. Po 16 hodinách se přidají další 0,35 g (4,5 mmol) suchého pyridinu a po dalších 48 hodinách se odstraní těkavé složky destilací za sníženého tlaku. Získaný zbytek se zředí 50 ml dichlormethanu a 50 ml 2N vodné kyseliny chlorovodíkové a směs se intenzivně míchá po dobu 72 hodin. Přítomné pevné látky se odfiltrují a promyjí se 3 x 25 ml vody, 3 x 10 ml dichlormethanu a 3 x 10 ml diethyletheru a získá se sloučenina uvedená v názvu jako bílá pevná látka. Celý filtrát a promývací kapaliny se spojí a zředí se 25 ml dichlormethanu a 25 ml vodné kyseliny chlorovodíkové v oddělené nálevce. Fáze se oddělí a organická fáze se promyje 3 x 50 ml 2N vodné kyseliny chlorovodíkové. Potom se suší nad síranem sodným, filtruje se a koncentrací odpařením za sníženého tlaku se získá žlutá pevná látka. Tato látka se suspenduje v 5,0 ml dichlormethanu a pevné látky se odfiltrují a promyjí se rychle 2 x 5,0 ml dichlormethanu a 2 x 15 ml diethyletheru a získá se další sloučenina uvedená v názvu jako bílá pevná látka. Celkové množství sloučeniny uvedené v názvu činí 1,09 g (56 % theorie) a látka taje při teplotě 290 až 292 °C za

29.07.98

rozkładu.

Elementární analýza $C_{16}H_{15}N_4ClO_6S$

vypočteno: 45,0 % C; 3,45 % H; 13,1 % N; 7,51 % S

nalezeno: 44,9 % C; 3,39 % H; 12,8 % N; 7,79 % S.

NMR: 1H (DMSO- d_6): 11,60 (s, 1H), 7,62 (t, 1H, $J=7,69$), 7,24 (m, 2H), 7,05 (m, 2H), 3,92 (s, 3H), 3,83 (s, 3H), 3,77 (s, 3H).

Příklad 22

Příprava 2-methoxykarbonyl-6-methoxy-(N-(5,8-dimethoxy-[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)benzensulfonamidu

0,871 g (2,04 mmol) 2-methoxykarbonyl-6-methoxy-(N-(5-chlor-8-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)-benzensulfonamidu se umístí do suché láhve uzavřené pryžovou a skleněnou zátkou. Látka se rozpustí v 20 ml suchého dimethylsulfoxidu přidané pomocí kanyly a potom se přidá injekční stříkačkou a za míchání při teplotě okolí 1,39 ml 6,12 M methoxidu sodného v methanolu. Po 16 hodinách se přidá dalších 0,050 ml roztoku methoxidu sodného a reakce se nechá probíhat 18 hodin. Přidá se dostatečné množství ledové kyseliny octové, aby se směs stala kyselou a potom se směs vlije do 250 ml dichlormethanu. Vzniklá směs se promyje 6 x 200 ml vody, suší se nad síranem hořečnatým, filtruje se a koncentruje se odpařením za sníženého tlaku. Získaný pevný bílý zbytek se rozpustí v 600 ml dichlormethanu a čistí se na silikagelu sloupcovou chromatografií eluováním směsí dichlormethanu a ethanolu vycházejí ze směsi v objemovém poměru 99:1 a s postupným zvyšováním množství ethanolu. Frakce obsahující produkt se spojí a koncentrují se odpařením za sníženého tlaku a získá se 496 mg (57 % theorie) sloučeniny uvedené v názvu jako ne zcela bílá pevná látka, tající při teplotě 274 až 276 °C za rozkladu.

Elementární analýza $C_{17}H_{18}N_4O_7S$

vypočteno: 48,3 % C; 4,30 % H; 13,3 % N; 7,59 % S

29.07.98

nalezeno: 48,6 % C; 4,26 % H; 13,1 % N; 7,83 % S.
 NMR: ^1H (DMSO- d_6): 11,33 (s, 1H), 7,61 (t, 1H, $J = 8,06$),
 7,28 (d, 1H, $J = 8,51$), 7,02 (d, 2H, $J=7,94$), 6,42 (d, 1H,
 $J=8,55$), 3,98 (s, 3H), 3,85 (s, 3H), 3,82 (s, 3H), 3,75 (s,
 3H).

Příklad 23

Vyhodnocení postemergentní herbicidní aktivity

Semena žádaných testovaných druhů rostlin se vysejí do směsi pro pěstování Grace-Sierra-MetroMix^(R) 306, která má typicky pH 6,0 až 6,8 a obsah organické hmoty kolem 30 % hmotn., v kelímcích z umělé hmoty o ploše povrchu 64 cm². Jestliže je potřeba zajistit dobré klíčení a zdravé rostliny, použije se zpracování fungicidem a/nebo jiné chemické nebo fyzikální zpracování. Rostliny se pěstují 7 až 21 dnů ve skleníku s přibližně 15 h fotoperiodou s teplotou 23 až 29 °C ve dne a 22 až 28 °C v noci. Pravidelně se dodávají živiny a voda a v případě nutnosti se používá doplňkové osvětlení stropní 1000W lampou s halogenidem kovu. Rostliny se použijí pro testování jakmile dosáhnou stadia prvního nebo druhého pravdivého listu.

Odvážené množství, které je dáno nejvyšší testovanou dávkou, každé testované sloučeniny se umístí do 20ml skleněné baňky a rozpustí se ve 4 ml směsi acetonu s dimethylsulfoxidem v poměru 97:3 (objemové díly). Získají se tak koncentrované zásobní roztoky. Jestliže se testovaná sloučenina snadno nerozpouští, směs se ohřeje a/nebo se na ni působí ultrazvukem. Získané koncentrované zásobní roztoky se ředí vodnou směsí obsahující aceton, vodu, isopropylalkohol, dimethylsulfoxid, koncentrát plodinového oleje Atplus 411F a povrchově aktivní činidlo Triton X-155 v poměru 48,5:39:10:1,5:1,0:0,02 (objemové díly). Získají se tak roztoky pro rozprašování o známé koncentraci. Roztoky, které

29.07.98

obsahují nejvyšší testované koncentrace, se připraví zředěním 2 ml podílů zásobního roztoku 13 ml směsí, roztoky nižších koncentrací se připraví zředěním příslušných menších množství zásobního roztoku. Přibližně 1,5ml podíly každého roztoku o známé koncentraci se stejnoměrně rozpráší na kelímky s testovanými rostlinami atomizérem DeVilbiss se stlačeným vzduchem (140 až 280 kPa) tak, aby se dosáhlo celkového pokrytí rostliny. Kontrolní rostliny se postříkají stejným způsobem vodnou směsí. V tomto testu aplikační dávka 1 ppm odpovídá 1 g/ha.

Zpracované rostliny a kontrolní rostliny se umístí do shora popsaného skleníku a zalévají se zespodu, aby se zabránilo odmytí testované sloučeniny. Po dvou týdnech se vizuálně srovná stav testovaných rostlin s kontrolními rostlinami a vyhodnotí se stupnicí 0 až 100 procent, kde 0 odpovídá žádnému poškození a 100 odpovídá úplnému zničení. Některé testované sloučeniny, použité aplikační dávky, druhy testovaných rostlin a výsledky jsou uvedeny v tabulce 2.

TABULKA 2

POSTEMERGENTNÍ HERBICIDNÍ ÚČINNOST

Slouč. č.	dávka, ppm	BWCHK	BWCKB	BWLMO	BWMGL	BWPIG	BWVEL	BWVIO	BWBK	BWBLG	BWGFT	GWROX	GWOT
1	125	--	100	99	100	95	99	--	83	50	85	--	55
2	162.5	--	100	95	100	95	75	--	83	80	93	--	70
3	125	--	90	85	99	95	70	--	80	20	70	--	0
4	125	--	97	97	83	90	80	--	70	10	93	--	0
5	31.3	90	85	80	85	100	80	80	80	60	75	--	75
6	15.6	--	98	98	85	100	90	--	90	70	50	--	70
7	162.5	--	100	98	90	80	95	--	--	75	50	--	99
8	125	--	98	95	98	80	95	--	80	85	78	--	90
9	125	--	100	90	90	90	85	--	--	60	75	--	75
10	1.95	100	98	95	70	100	85	80	--	80	75	90	98
11	31.3	80	95	88	90	90	90	75	85	30	75	78	50
12	31.3	90	100	90	80	85	90	85	85	85	85	85	85
13	3.9	85	100	65	88	80	90	80	85	75	85	90	90
14	15.6	100	90	85	90	95	75	85	90	90	90	90	90
15	7.8	75	100	75	88	100	55	85	80	75	75	90	90
16	125	98	98	--	98	100	98	60	88	15	0	78	0
17	15.6	90	100	100	75	98	--	75	65	95	80	93	78
18	3.9	85	100	85	88	95	85	85	90	75	85	90	88
19	7.8	100	100	65	80	100	65	75	80	70	60	85	98
20	250	--	90	95	75	85	100	--	80	30	0	--	20
21	31.3	--	100	99	75	97	75	--	99	50	70	--	60
22	7.8	90	90	--	98	100	95	90	80	50	40	90	78
23	15.6	--	100	99	97	97	99	--	90	75	95	--	95
24	31.3	98	100	70	90	90	90	85	90	50	90	60	80
25	31.3	75	100	85	80	90	75	75	85	65	75	90	80

26	2.0	90	98	100	78	100	80	78	75	50	95	90
27	7.8	88	100	100	80	95	95	70	85	78	98	90
28	1.0	80	100	100	78	98	80	80	93	--	70	75
29	125	85	98	--	80	100	90	75	20	40	85	50
30	7.8	70	100	80	95	90	85	58	40	80	85	80
31	15.6	100	100	80	95	80	90	85	75	40	80	38
32	31.3	95	98	--	85	95	90	95	0	0	30	0
33	7.8	90	95	95	90	95	88	85	60	80	85	78
34	7.8	100	100	65	75	95	90	85	100	50	80	95
35	125	90	100	95	98	95	98	70	100	30	80	95
36	3.9	90	90	100	78	100	70	78	75	95	90	90
37	15.6	95	78	100	95	100	90	95	80	98	95	90
38	3.9	98	95	100	80	100	90	78	90	60	98	98
39	3.9	95	100	100	90	90	70	80	70	60	80	78
40	15.6	95	100	100	90	95	90	78	65	80	78	78
41	7.8	98	90	95	85	95	90	90	90	90	98	80
42	15.6	100	100	78	90	95	90	50	78	40	20	75
43	31.3	95	100	30	95	95	95	95	50	75	30	55
44	3.9	95	100	55	90	90	78	60	45	20	35	60
45	7.8	90	100	55	95	98	60	75	35	50	30	0
46	62.5	100	100	75	90	100	100	95	70	70	45	55
47	7.8	85	95	100	80	95	80	60	55	90	80	80
48	62.5	95	100	78	90	95	98	95	90	20	90	30
49	15.6	95	95	100	80	90	90	90	65	30	70	90
50	2.0	100	90	70	90	100	70	90	--	40	95	85
51	62.5	95	90	70	78	95	50	85	90	100	95	100
52	7.8	100	100	65	75	95	95	78	78	45	0	70
53	31.3	--	95	60	85	100	90	90	90	95	95	95
54	15.6	100	90	80	78	100	55	90	100	80	95	95
55	0.5	85	100	100	75	98	75	70	45	60	75	80
56	62.5	90	100	80	85	95	90	85	80	78	95	90

57	125	95	90	65	80	85	80	45	80	85	50	80	55
58	62.5	95	85	78	85	100	90	90	90	95	78	95	95
59	7.8	100	100	78	80	100	90	95	95	95	25	95	90
60	2.0	95	100	65	60	90	90	60	78	70	80	80	70
61	250	80	95	90	78	70	85	85	85	70	20	30	20
62	31.3	80	90	95	90	100	95	80	85	78	90	90	90
63	31.3	95	90	95	90	100	78	90	90	90	90	95	90
64	31.3	65	85	95	80	90	65	80	80	70	85	70	80
65	15.6	95	95	100	90	100	95	90	90	90	90	95	100
66	62.5	95	60	85	78	90	90	85	90	85	70	90	85
67	31.3	100	70	95	90	100	85	85	78	80	90	90	35
68	62.5	90	70	100	90	85	70	40	90	65	60	65	60
69	31.3	65	55	60	55	95	95	90	70	95	70	90	80
70	7.8	80	100	78	90	90	90	80	70	80	60	90	60
71	7.8	75	95	95	90	90	78	75	90	90	80	95	78
72	15.6	90	95	95	50	90	80	75	90	70	65	90	75
73	15.6	95	80	100	70	70	80	75	78	78	75	85	78
74	2.0	90	80	95	85	100	80	70	90	70	50	70	75
75	2.0	75	100	100	90	90	95	75	85	85	50	100	90
76	31.3	78	90	95	90	100	90	85	95	95	95	95	95
77	15.6	95	90	70	78	95	85	95	95	78	30	80	90
78	15.6	90	78	80	90	100	95	90	90	80	100	85	90
79	250	65	80	80	78	95	75	80	90	70	90	60	70
80	1.0	95	95	100	85	100	90	75	90	78	80	80	95
81	3.9	90	90	95	95	100	90	90	90	80	80	78	78
82	31.3	95	85	75	90	100	90	90	80	80	20	10	0
83	15.6	90	98	80	80	50	35	20	90	0	45	60	78
84	7.8	80	95	95	85	100	85	78	90	70	30	30	80
85	7.8	95	95	60	75	80	90	70	80	78	0	78	78
86	31.3	90	80	95	80	85	70	85	90	65	70	75	90
87	31.3	95	85	80	78	90	90	80	90	80	70	75	90

88	125	95	70	60	90	95	80	80	95	75	40	60	40
89	125	85	90	80	90	90	85	90	90	85	80	60	70
90	62.5	90	90	95	65	90	80	78	90	75	20	80	75
91	125	90	78	70	78	95	80	90	90	80	65	90	90
92	3.9	90	85	90	90	90	75	70	80	70	70	90	78
93	31.3	95	85	95	90	95	65	70	85	60	80	85	78
94	15.6	85	85	95	90	95	85	78	90	78	90	90	75
95	31.3	90	100	30	95	95	95	80	90	78	40	30	45
96	31.3	95	95	60	90	100	90	78	90	90	60	78	80
97	62.5	95	70	60	85	95	90	90	90	90	95	95	95
98	62.5	100	100	100	80	100	80	80	85	78	90	80	78
99	62.5	98	100	100	90	78	60	70	78	50	60	50	40
100	15.6	90	20	70	78	90	70	50	85	0	0	0	0
101	250	90	90	90	90	98	80	60	78	0	50	55	20
102	62.5	85	90	90	90	78	65	60	90	0	50	75	25
103	125	45	75	85	78	78	95	60	95	0	30	40	20
104	125	95	100	95	78	90	90	88	85	88	90	90	90
105	15.6	90	100	100	88	100	90	85	80	90	85	90	90
106	15.6	90	95	80	70	90	75	85	80	70	50	88	85
107	250	80	95	88	60	95	40	75	80	85	70	88	90
108	62.5	90	100	90	65	85	85	80	80	10	20	85	0
109	31.3	90	100	75	85	90	85	70	75	10	20	55	30
110	31.3	95	98	40	90	70	80	55	70	20	0	50	83
111	15.6	85	100	--	40	100	80	90	85	90	50	90	90
112	250	83	100	--	50	100	88	88	80	70	30	80	75
113	250	78	100	90	70	95	60	83	50	88	85	85	98
114	15.6	80	100	--	75	100	50	75	95	88	20	90	88
115	250	88	100	--	50	100	83	88	88	88	20	90	88
116	250	78	90	--	85	100	75	90	70	65	25	90	60
117	7.8	90	100	98	80	95	75	58	80	80	25	88	90
118	15.6	90	100	100	78	98	93	65	95	85	15	85	80
119	125	90	100	--	70	80	80	90	90	60	20	90	90

120	31.3	85	95	95	80	100	85	85	90	80	50	85	80
121	7.8	99	100	100	70	95	78	70	78	55	40	78	75
122	15.6	85	100	--	70	100	80	95	80	50	0	85	25
123	15.6	95	100	--	70	95	85	90	85	75	95	90	95
124	250	78	--	90	50	90	50	60	70	50	30	85	65
125	125	85	100	80	50	90	20	50	80	30	30	85	40
126	15.6	95	100	100	80	100	75	70	78	0	0	55	10
127	7.8	100	90	95	35	95	55	75	90	80	60	90	75
128	15.6	100	90	95	0	95	25	50	70	78	0	70	30
129	7.8	95	95	65	0	95	50	50	80	78	50	65	78
130	62.5	95	90	100	80	95	85	80	85	78	55	85	75
131	15.6	80	95	95	75	95	95	75	90	75	20	90	60
132	31.3	95	100	100	78	95	95	90	95	90	50	85	90
133	15.6	95	85	95	70	100	80	75	78	78	30	90	90
134	7.8	98	100	98	78	90	99	85	90	95	50	95	95
135	31.3	100	90	--	100	100	--	88	75	0	0	70	0
136	3.9	85	100	--	90	100	70	78	90	35	20	78	60
137	125	90	80	60	75	95	65	85	85	95	55	95	80
138	15.6	95	90	90	90	95	90	85	80	55	75	90	65
139	3.9	100	70	100	90	95	90	95	90	80	50	90	90
140	125	95	90	80	95	100	95	85	90	85	40	80	85
141	31.3	85	88	95	90	100	78	85	78	78	88	90	85
142	3.9	95	95	100	80	95	95	95	80	75	50	50	75
143	62.5	90	90	90	90	100	95	78	90	85	90	80	80
144	62.5	90	40	95	78	100	78	60	75	80	75	78	70
145	250	60	50	80	90	100	80	--	80	78	10	70	0
146	7.8	95	40	40	78	80	90	90	85	20	10	70	0
147	31.3	90	85	50	85	70	90	85	80	0	40	90	60
148	31.3	90	90	50	80	70	90	90	70	0	0	0	0
149	31.3	70	90	20	80	30	90	85	85	50	0	50	15
150	3.9	100	80	60	85	90	90	90	75	90	90	70	78

151	62.5	90	90	20	55	70	75	78	60	78	60
152	125	80	60	20	20	20	20	10	20	0	20
153	250	--	45	--	80	85	80	40	70	50	0
154	125	80	90	45	70	65	82	0	0	30	0
155	31.3	95	85	90	78	90	100	70	100	90	95
156	7.8	80	90	75	78	80	90	95	100	100	95
157	31.3	50	80	50	70	20	60	50	70	80	60
158	15.6	95	90	60	80	85	95	55	40	55	60
159	15.6	95	90	75	78	90	90	78	100	95	85
160	62.5	85	90	50	40	90	90	60	50	80	20
161	31.3	85	70	80	30	50	80	70	30	90	80
162	62.5	90	85	60	20	65	95	50	20	70	0
163	62.5	95	80	90	20	70	80	90	78	90	90
164	31.3	90	80	85	80	75	85	75	70	95	80
165	31.3	90	95	60	60	78	75	60	30	0	10
166	15.6	85	90	60	70	90	95	60	30	90	80
167	125	30	70	60	40	70	70	80	80	70	45
168	15.6	38	85	90	75	85	90	95	30	70	90
169	15.6	--	85	85	75	55	80	95	--	50	25
170	15.6	98	100	--	90	90	95	100	80	75	20
171	15.6	70	85	85	75	70	75	70	0	65	75
172	16.5	70	95	0	85	85	40	85	70	95	75
173	31.3	90	95	85	85	90	95	90	--	0	0
174	7.8	95	100	95	90	100	80	30	0	0	0
175	2.0	85	100	95	75	75	80	90	45	70	30
176	125	75	85	70	75	45	70	55	65	0	0
177	1.0	95	100	90	80	--	0	75	30	40	20
178	31.3	80	100	55	75	100	80	75	20	0	0
179	31.3	--	100	95	75	70	75	100	80	10	30
180	31.3	70	90	85	60	85	75	90	75	90	90
181	7.8	80	95	80	80	75	0	75	0	40	20
182	125	95	100	90	75	95	75	30	30	0	0
183	1.0	95	100	55	75	78	70	40	20	0	0
184	31.3	80	100	95	75	70	75	90	80	10	30
185	31.3	--	100	95	75	85	75	40	75	90	90
186	31.3	70	90	85	60	85	75	90	75	90	90
187	7.8	80	95	80	80	95	75	90	75	90	90
188	1.0	95	100	90	80	--	0	75	65	0	0
189	31.3	80	100	55	75	100	80	75	30	40	20
190	31.3	80	100	95	75	70	75	100	20	0	0
191	7.8	80	95	80	80	85	75	90	75	90	90

192	31.3	--	95	78	55	100	15	20	90	60	30	45	78
193	62.5	--	95	100	25	95	25	20	80	45	30	75	75
194	2.0	80	100	80	80	85	65	75	75	30	25	0	0
195	7.8	75	100	90	90	100	85	80	90	0	75	30	0
196	7.8	100	85	75	75	100	70	85	95	80	70	95	90
197	2.0	90	95	75	80	100	65	75	95	95	100	95	95
198	3.9	90	100	95	70	100	0	60	80	85	30	80	80
199	2.0	75	100	80	80	100	70	80	80	20	20	0	0
200	3.9	100	95	100	90	100	80	95	90	60	80	95	90
201	15.6	--	95	100	60	100	45	75	85	90	75	95	90
202	15.6	95	100	100	100	95	90	85	90	25	40	0	35
203	3.9	95	95	75	55	95	60	25	100	25	0	0	0
204	7.8	100	100	95	80	75	100	80	65	90	55	45	45
205	15.6	95	95	95	95	100	95	80	100	40	20	15	0
206	62.5	95	100	40	85	100	100	85	85	50	0	60	15
208	15.6	100	100	100	85	100	90	100	100	70	70	25	15
209	31.3	100	90	--	70	95	80	85	90	40	--	0	0
210	62.5	95	95	100	90	100	95	100	90	70	--	55	55
211	7.3	95	90	90	80	90	70	90	90	0	--	0	0
212	3.9	100	85	100	40	90	70	90	85	100	70	100	90
215	31.3	80	95	--	95	100	80	75	85	70	80	100	95
216	250	60	40	40	70	70	70	75	80	90	85	90	85
218	31.3	95	95	95	80	95	85	45	85	60	98	85	80

BWCKB=řepěň durkoman. (Xanthium strumarium)

BWMGL=povijnice (Ipomoea hederacea)

BWVEL=abutilon (Abutilon theophrasti)

BWVVK=svlačovec popínavý (Polygonum convolvulus)

GWGFK=psárka (Setaria faberi)

GWWOT=oves hluchý (Avena fatua)

BWCHK=ptačinec žabinec (Stellaria media)

BWLMQ=merlík bílý (Chenopodium album)

BWPIG=laskavec ohnutý (Amaranthus retroflexus)

BWVIO=violka trojbarevná (Viola tricolor)

GWBLG=psárka polní (Alopecurus myosuroides)

GWROX=čirok (Sorghum bicolor)

Příklad 24

Vyhodnocení preemergentní herbicidní aktivity

Semena žádaných testovaných druhů rostlin se vysejí do půdy připravené smícháním jílovité půdy, která obsahuje 43 % hmotn. naplaveniny, 19 % hmotn. jílu a 38 % hmotn. písku s pH kolem 8,1 a obsahem organické hmoty 1,5 % hmotn., s pískem v poměru 70:30. Tato půda je umístěna v kelímcích z umělé hmoty o ploše povrchu 161 cm³. Jestliže je potřeba zajistit dobré klíčení a zdravé rostliny, použije se zpracování fungicidem a/nebo jiné chemické nebo fyzikální zpracování.

Odvážené množství, které je dáno nejvyšší testovanou dávkou, každé testované sloučeniny se umístí do 20 ml skleněné baňky a rozpustí se v 8 ml směsi acetonu s dimethylsulfoxidem v poměru 97:3 (objemové díly). Získají se tak koncentrované zásobní roztoky. Jestliže se testovaná sloučenina snadno nerozpouští, směs se ohřeje a/nebo se na ni působí ultrazvukem. Získané koncentrované zásobní roztoky se ředí směsí vody a povrchově aktivního činidla Tween^(R) v poměru 99,9:0,1 (objemové díly). Získají se tak roztoky o známé koncentraci. Roztoky, které obsahují nejvyšší testované koncentrace, se připraví zředěním 4 ml podílů zásobního roztoku 8,5 ml směsi, roztoky nižších koncentrací se připraví zředěním příslušných menších množství zásobního roztoku. Přibližně 2,5 ml podíly každého roztoku o známé koncentraci se stejnoměrně rozpráší na půdu každého ošetřého kelímku 5,0 ml skleněnou injekční stříkačkou Cornwall s dutou konickou tryskou TeeJet TN-3. Kontrolní kelímky se postříkají stejným způsobem vodnou směsí. Nejvyšší aplikační dávka 4,48 kg/ha se dosáhne, jestliže se použije 50 mg testované sloučeniny.

Ošetřené kelímky a kontrolní kelímky se umístí do skleníku s přibližně 15 h fotoperiodou, s teplotou 23 až 29 °C ve dne a 22 až 28 v noci; pravidelně se dodávají živiny a

voda a v případě nutnosti se používá doplňkové osvětlení stropní 1000W lampou s halogenidem kovu. Voda se přidává zavlažováním shora. Po třech týdnech se vizuálně srovná stav testovaných rostlin, které vyklíčily a rostou, s kontrolními rostlinami které vyklíčily a rostou, a vyhodnotí se stupnicí 0 až 100 procent, kde 0 odpovídá žádnému poškození a 100 odpovídá úplnému zničení nebo nevyklíčení. Některé testované sloučeniny, použité aplikační dávky, druhy testovaných rostlin a výsledky jsou uvedeny v tabulce 3.

TABULKA 3
PREEMERGENTNÍ HERBICIDNÍ ÚČINNOST

Sl.	dávka, Kg/ha	BWCKB	BWLYQ	BWNGL	BWPIG	BWVEL	BWPT	BWBLG	BWBRN	BWCRB	BWGFT	BWROX	BWNOT
1	0.28	--	--	70	100	50	--	60	40	--	95	--	70
2	0.28	--	--	60	95	40	--	70	100	--	95	--	60
3	0.28	--	--	30	100	0	--	0	70	--	50	--	30
4	0.28	--	--	40	95	40	--	0	60	--	90	--	0
5	0.14	95	98	90	98	90	--	75	90	85	95	95	80
6	0.14	--	--	80	98	95	--	90	90	--	90	--	60
7	0.14	--	--	80	98	85	--	80	70	--	60	--	50
8	0.14	--	--	60	90	60	--	40	70	--	30	--	50
9	0.14	--	--	90	95	85	--	70	90	--	80	--	50
10	0.018	90	90	90	95	90	--	100	100	100	95	100	85
11	0.070	--	95	90	95	90	--	70	90	95	80	98	50
12	0.035	80	100	70	100	80	--	90	90	90	98	100	70
13	0.018	85	98	85	98	80	--	95	98	100	95	98	98
14	0.018	90	98	85	95	80	--	98	95	95	95	95	95
15	0.035	88	98	80	99	80	--	98	95	50	75	90	50
16	0.28	90	--	80	90	80	--	75	80	98	95	100	85
17	0.28	80	--	75	100	85	--	80	98	98	95	98	75
18	0.035	85	99	90	90	90	--	95	99	95	90	95	80
19	0.009	70	--	70	95	85	--	95	78	90	85	--	90
21	0.28	--	--	95	98	90	--	90	95	--	95	--	80
22	0.14	90	90	90	95	98	--	95	90	98	90	100	98
23	0.035	--	--	90	99	85	--	95	98	--	95	--	98
24	0.035	75	98	90	90	85	--	85	90	85	35	99	80
25	0.14	80	98	85	98	70	--	95	80	80	90	100	90
26	0.018	75	95	80	85	85	--	90	95	95	90	100	90

27	0.070	85	100	80	95	90	--	90	98	95	95	100	80
28	0.009	60	100	75	80	80	--	90	90	90	78	90	85
29	0.28	78	90	90	85	85	--	78	78	55	55	90	55
30	0.070	30	95	90	98	90	--	90	80	85	85	95	80
31	0.14	65	100	75	100	85	--	100	95	100	95	100	95
32	0.28	70	--	95	95	80	--	--	70	60	80	95	80
33	0.14	70	100	85	95	78	--	--	90	95	85	95	90
34	0.018	75	78	90	80	85	--	90	70	98	78	90	80
35	0.28	95	98	80	90	90	--	80	85	70	75	95	80
36	0.14	50	100	90	90	80	--	90	90	100	90	100	80
37	0.035	65	90	80	75	85	--	90	98	78	98	100	90
38	0.14	75	85	90	85	90	80	95	65	70	70	100	90
39	0.009	78	95	80	80	78	--	95	65	55	65	70	98
40	0.14	85	98	90	95	95	--	95	100	80	90	100	90
41	0.370	75	100	90	90	90	--	85	100	100	95	100	98
42	0.035	80	90	90	90	90	--	90	95	65	80	70	78
43	0.14	90	100	90	95	95	--	65	78	55	90	78	70
44	0.14	90	90	90	100	95	--	80	80	65	90	85	80
45	0.28	95	100	90	100	90	--	80	95	70	95	85	80
46	0.14	70	85	90	75	90	--	78	98	70	80	70	78
47	0.035	70	80	90	90	78	--	85	90	95	90	98	90
48	0.28	80	80	75	75	85	--	75	75	65	78	98	80
49	0.005	75	95	80	65	78	78	95	85	78	65	85	90
50	0.070	70	78	75	70	78	--	100	85	70	90	100	90
51	0.070	90	--	80	95	100	80	95	95	60	60	78	78
52	0.070	55	75	50	65	55	--	100	95	45	75	100	95
53	0.070	75	100	90	90	90	--	100	100	90	95	95	85
54	0.070	70	90	90	95	75	80	95	95	65	60	100	80
55	0.14	20	85	50	30	50	75	70	40	0	55	60	60
56	0.28	65	100	75	65	85	80	100	95	50	75	100	95
57	0.28	90	100	85	100	95	85	90	90	78	90	100	90
58	0.035	90	100	85	100	95	85	90	90	78	90	100	90

60	0.035	85	100	78	90	80	90	90	100	65	80	100	85
61	0.28	45	78	85	85	90	20	65	20	35	35	90	50
62	0.070	85	100	80	85	85	95	80	100	55	85	100	90
63	0.070	50	78	90	85	75	85	90	70	65	85	95	80
64	0.14	100	60	95	60	65	78	60	55	20	55	95	70
65	0.035	70	90	70	98	85	80	95	38	100	90	99	80
66	0.14	10	99	50	100	90	70	85	90	100	70	95	90
67	0.28	80	100	90	100	90	90	95	95	65	90	100	80
68	0.070	10	95	85	95	85	80	95	75	100	95	95	80
69	0.14	100	50	20	50	65	50	20	45	40	55	60	20
70	0.035	70	80	85	80	75	78	95	100	70	75	90	75
71	0.14	90	90	90	95	90	85	90	85	100	90	100	90
72	0.070	60	90	60	90	80	90	95	95	100	90	100	90
74	0.018	75	95	80	98	80	88	95	95	75	78	95	85
83	0.070	100	100	90	95	90	--	85	95	95	90	100	85
84	0.070	78	85	90	100	90	--	90	95	80	55	95	80
85	0.070	75	80	85	95	90	85	90	85	78	85	90	85
99	0.14	78	95	90	85	80	--	78	80	80	80	90	70
100	0.28	80	100	90	85	78	--	40	0	0	20	0	0
101	0.28	0	90	0	65	40	--	75	55	70	90	80	50
102	0.28	45	95	78	95	75	--	45	65	60	--	75	75
104	0.28	65	--	70	--	80	85	95	90	95	95	98	90
105	0.070	90	99	85	98	95	--	99	93	90	60	90	88
106	0.018	75	95	65	98	65	--	90	80	50	75	85	85
107	0.23	70	90	75	95	20	--	90	95	85	70	95	85
108	0.070	75	100	75	100	75	--	75	95	70	60	95	70
109	0.28	85	98	85	95	85	--	75	85	75	78	90	80
110	0.28	75	98	85	98	90	--	90	90	20	78	98	85
111	0.035	90	98	65	95	78	--	85	90	20	40	90	80
112	0.070	70	100	50	95	50	--	50	0	0	20	60	0
113	0.28	0	50	0	70	20	--	50	0	0	20	60	0

114	0.070	90	95	80	95	80	95	80	95	80
115	0.28	55	100	0	95	50	95	40	90	40
116	0.28	70	90	70	90	78	95	78	95	85
117	0.28	80	---	80	95	90	95	85	95	80
118	0.070	30	100	75	100	90	95	85	98	90
119	0.28	78	---	50	90	60	95	40	95	80
120	0.28	80	100	80	95	100	95	80	98	85
121	0.14	70	100	90	95	85	90	95	100	80
122	0.28	80	100	90	100	85	90	90	98	90
123	0.070	80	---	85	95	90	95	30	100	50
124	0.29	70	100	65	100	70	60	20	100	78
125	0.28	75	80	50	95	80	70	100	100	50
126	0.28	78	100	90	100	85	90	100	100	80
127	0.14	90	100	90	90	85	95	100	100	90
129	0.035	78	---	78	95	70	60	95	95	70
130	0.28	65	95	75	90	80	90	85	95	85
134	0.035	65	100	78	98	78	95	65	100	65
135	0.28	85	---	90	100	90	95	80	100	80
136	0.14	80	99	85	95	90	95	95	95	95
137	0.28	55	55	20	78	75	95	95	100	90
141	0.14	78	90	40	90	80	95	98	100	70
143	0.28	90	---	90	95	90	85	78	85	70
144	0.28	30	---	35	90	78	65	60	80	70
145	0.28	20	70	50	78	75	80	20	98	60
151	0.28	55	90	45	70	70	95	100	100	75
158	0.14	85	100	80	100	85	95	95	100	85
159	0.14	80	98	80	95	85	90	98	100	55
162	0.28	90	90	50	100	80	75	55	70	55
163	0.070	100	100	50	100	65	85	75	85	75
164	0.14	80	95	80	100	85	100	100	100	85
165	0.14	90	85	75	90	758	5	75	90	85

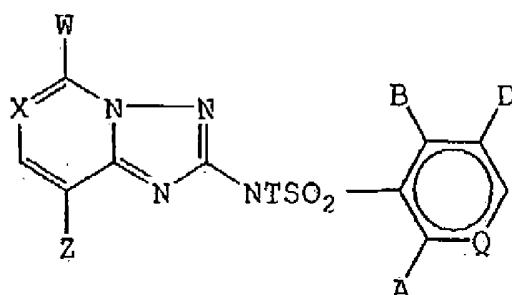
168	0.070	95	98	75	100	100	95	95	90	20	85	75	55
172	0.070	80	85	75	90	80	80	85	85	75	100	75	--
175	0.14	70	45	60	100	70	78	100	60	40	50	100	70
177	0.070	95	100	80	100	90	80	75	100	80	90	70	70
181	0.14	80	80	70	35	65	75	85	40	60	60	85	--
182	0.070	90	85	90	90	80	80	95	85	50	65	85	--
183	0.14	80	100	30	98	75	40	100	100	100	100	100	--
184	0.035	80	98	80	95	85	85	70	90	65	85	65	75
185	0.035	90	100	75	100	95	80	75	75	70	100	70	55
186	0.14	75	90	75	100	80	75	85	75	65	100	100	70
187	0.035	80	90	75	100	80	80	70	90	65	85	70	30
188	0.028	95	100	75	100	95	80	80	75	65	60	85	45
189	0.14	75	85	70	100	75	50	63	55	30	65	60	50
191	0.07	85	100	85	98	75	85	100	100	95	100	100	100
192	0.14	75	60	45	100	65	60	85	70	30	35	90	80
193	0.14	75	85	55	100	70	78	100	70	45	60	100	95
194	0.070	95	95	80	100	90	85	45	80	60	75	80	45
195	0.070	80	90	70	95	75	70	70	100	70	100	60	70
196	0.018	80	75	45	80	75	75	100	75	70	100	85	95
197	0.009	78	80	75	90	80	80	100	98	100	100	100	100
198	0.035	75	100	80	100	80	90	100	85	75	100	100	90
199	0.070	80	90	80	100	90	80	75	75	60	75	70	55
200	0.035	75	95	78	95	80	80	90	85	95	80	98	98
201	0.070	75	80	70	100	80	78	100	100	75	100	100	95
202	0.14	90	100	70	100	90	70	90	90	60	50	50	70
203	0.070	70	100	70	100	70	60	95	90	70	85	90	80
204	0.14	95	100	90	95	70	90	--	95	--	100	95	100
205	0.14	98	95	85	98	85	80	80	75	0	70	75	70
206	0.14	80	95	70	80	80	75	75	60	0	55	80	70
208	0.070	100	100	75	100	85	95	80	100	70	75	70	65
210	0.14	90	90	80	80	75	80	45	70	50	45	70	55

211	0.14	75	95	80	100	60	75	60	60	50	85	50	30
212	0.035	75	100	65	100	75	80	--	75	98	100	100	75
216	0.035	75	85	65	75	70	80	100	85	80	100	100	95
218	0.070	80	90	90	100	75	85	95	70	98	100	100	--

BWCKB=řepěň durkoman (Xanthium strumarium) BWLMQ=merlík bílý (Chenopodium album)
 BWMLG=povíjnice (Ipomoea hederacea) BWPIG=laskavec ohnutý (Amaranthus retroflexus)
 BWVEL=abutilon (Abutilon theoprasii) BWWPT=prýšec (Euphorbia heterophylla)
 GWBLG=psárka polní (Alopecurus myosuroides) GWBRN=ježatka kuří noha (Echinocloa crus-galli)
 GBCRB=rosička krvavá (Digitaria sanguinalis) GWGFT=psárka (Setaria faberi)
 GWROX=čirok (Sorghum bicolor) GWWOT=oves hluchý (Avena fatua)

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. N-(triazoloaziny) sulfonamidová sloučenina obecného vzorce



kde

X znamená N nebo C-Y;

W znamená O(C₁-C₃ alkyl), Cl, Br, F nebo H;

Y znamená H, OCH₃, F, Cl, Br, J, nebo CH₃, případně substituovaný až třemi atomy fluoru;

Z znamená O(C₁-C₃ alkyl), H, F, Cl, Br, I, S(C₁-C₃ alkyl) nebo CH₃, případně substituovaný až třemi atomy fluoru, s tím, že alespoň jeden ze symbolů W a Z znamená O(C₁-C₃ alkyl);

Q znamená C-H nebo N;

A znamená F, Cl, Br nebo I, nebo CO₂(C₁-C₄ alkyl) nebo znamená C₁-C₃ alkyl, O(C₁-C₄ alkyl), O(C₃-C₄ alkenyl), O(C₃-C₄ alkynyl) nebo S(C₁-C₃ alkyl), přičemž každý je případně substituován jednou skupinou O(C₁-C₃ alkyl), S(C₁-C₃ alkyl), atomem chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru nebo znamená 2-methyl-1,3-dioxolan-2-ylou část když Q znamená N, H;

B znamená H, F, Cl, Br, I, NO₂, CN, CO₂(C₁-C₄ alkyl), NH(C₁-C₃ alkyl) nebo N(C₁-C₃)alkyl₂ nebo znamená O(C₁-C₄ alkyl), O(C₃-C₄ alkenyl), O(C₃-C₄ alkynyl), C₁-C₃ alkyl, S(C₁-C₃ alkyl), SO(C₁-C₃ alkyl), SO₂(C₁-C₃ alkyl), S(C₃-C₄ alkenyl), SO(C₃-C₄ alkenyl), SO₂(C₃-C₄ alkenyl), S(C₃-C₄ alkynyl), SO(C₃-C₄ alkynyl), nebo SO₂(C₃-C₄ alkynyl), přičemž každý je případně substituován jednou skupinou O(C₁-C₃ alkyl), S(C₁-C₃ alkyl),

atomech chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru, s tím, že A a B neznamenaají současně H;

D znamená H, F, Cl, Br, I, C_1-C_3 alkyl, OCH_3 , OC_2H_5 , CH_2F , CHF_2 nebo CF_3 ; nebo B a D společně znamenají skupinu vzorce $O-CH_2-O$, případně substituovanou jednou nebo dvěma F nebo CH_3 ;

T znamená H, SO_2R , $C(O)R$, $C(O)OR$, $C(O)NR'_2$ nebo $CH_2CH_2C(O)OR$;

R znamená C_1-C_4 alkyl, C_3-C_4 alkenyl nebo C_3-C_4 alkynyl, přičemž každý případně obsahuje do dvou atomů chloru, bromu, skupin $O(C_1-C_4)$ alkyl nebo fenylových substituentů a až do maximálního možného počtu atomů fluoru; a R' znamená H, C_1-C_4 alkyl, C_3-C_4 alkenyl nebo C_3-C_4 alkynyl; a když T znamená H, jejich zemědělsky přijatelné soli.

2. N-(triazoloaziny)l sulfonamidová sloučenina podle nároku 1, kde T znamená vodík.

3. N-(triazoloaziny)l sulfonamidová sloučenina podle nároku 1, kde X znamená N a Q znamená C-H.

4. N-(triazoloaziny)l sulfonamidová sloučenina podle nároku 1, kde W znamená methoxyskupinu a Z znamená methoxyskupinu, fluor, chlor nebo brom.

5. N-(triazoloaziny)l sulfonamidová sloučenina podle nároku 1, kde A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy, 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxy, trifluormethoxyskupinu, chlor nebo fluor; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, methylthio, methyl, trifluormethyl, trifluormethoxyskupinu, fluor, chlor nebo methoxykarbonylskupinu; a D znamená vodík, fluor, chlor, brom nebo methyl.

6. N-(triazoloaziny)lsulfonamidová sloučenina podle nároku 5, kde B znamená methoxyskupinu a D znamená vodík; kde A znamená methoxyskupinu a D znamená vodík, methyl nebo chlor; nebo B znamená trifluormethyl a D znamená vodík.

7. N-(triazoloaziny)lsulfonamidová sloučenina podle nároku 1, kde Q znamená C-H a A znamená methoxy, ethoxy, propoxy nebo 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy nebo 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxyskupinu; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, trifluormethyl, fluor, chlor nebo methoxykarbonyl; a D znamená vodík, chlor nebo methyl nebo kde Q znamená N a A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy nebo 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxyskupinu; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, trifluormethyl nebo methoxykarbonyl; a D znamená vodík nebo methyl.

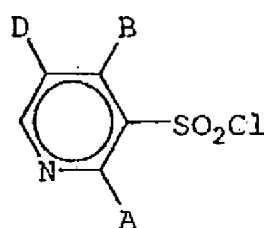
8. N-(triazoloaziny)lsulfonamidová sloučenina podle nároku 1, která je vybrána ze souboru, který zahrnuje 2-methoxy-6-(trifluormethyl)-N-(8-chlor-5-methoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid, 2,6-dimethoxy-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid, 2-methoxy-6-methoxykarbonyl-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyridin-2-yl)benzensulfonamid, 2-methoxy-5-methyl-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzen-sulfonamid, 5-chlor-2-methoxy-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid, 2-methoxy-4-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)pyridin-3-sulfonamid, 2-(2-fluorethoxy)-6-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid, 2-(2-chlorethoxy)-6-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid, 2-(2,2-difluorethoxy)-6-tri-

fluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid a 2-(1-fluormethyl-2-fluorethoxy)-6-(trifluormethyl)-N-(5,8-dimethoxy[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidin-2-yl)benzensulfonamid.

9. Prostředek, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje herbicidní množství N-(triazoloazinyl)arylsulfonamidové sloučeniny podle kteréhokoliv nároku 1 až 8 ve směsi se zemědělsky přijatelnou pomocnou látkou nebo nosičem.

10. Způsob regulace nežádoucí vegetace, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se aplikuje na vegetaci nebo na místo herbicidně účinné množství N-(triazoloazinyl)arylsulfonamidové sloučeniny podle kteréhokoliv z nároků 1 až 8.

11. Pyridin-3-sulfonylchloridová sloučenina obecného vzorce



kde

A znamená F, Cl, Br nebo I, nebo CO₂(C₁-C₄ alkyl) nebo znamená C₁-C₃ alkyl, O(C₁-C₄ alkyl), O(C₃-C₄ alkenyl), O(C₃-C₄ alkynyl) nebo S(C₁-C₃ alkyl), přičemž každý je případně substituován jednou skupinou O(C₁-C₃ alkyl), S(C₁-C₃ alkyl), atomem chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru nebo znamená 2-methyl-1,3-dioxolan-2-ylovou část a když Q znamená N, H;

B znamená H, F, Cl, Br, I, NO₂, CN, CO₂(C₁-C₄ alkyl), NH(C₁-C₃ alkyl) nebo N(C₁-C₃)alkyl₂ nebo znamená O(C₁-C₄ alkyl), O(C₃-C₄ alkenyl), O(C₃-C₄ alkynyl), C₁-C₃ alkyl, S(C₁-C₃ alkyl), SO(C₁-C₃ alkyl), SO₂(C₁-C₃ alkyl), S(C₃-C₄ alkenyl), SO(C₃-C₄ alkenyl), SO₂(C₃-C₄ alkenyl), S(C₃-C₄ alkynyl), SO(C₃-C₄ alkynyl), nebo SO₂(C₃-C₄ alkynyl), přičemž každý je případně

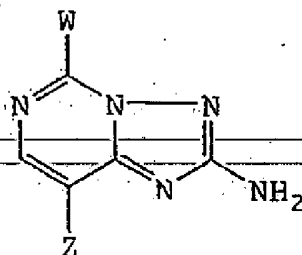
substituován jednou skupinou $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, $S(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, atomem chloru nebo bromu nebo kyanoskupinou nebo s až do maximálního možného počtu atomů fluoru, s tím, že A a B neznámají současně H;

D znamená H, F, Cl, Br, I, $C_1-C_3 \text{ alkyl}$, OCH_3 , OC_2H_5 , CH_2F , CHF_2 nebo CF_3 ; nebo B a D společně znamenají skupinu vzorce $O-CH_2-O$, případně substituovanou jednou nebo dvěma F nebo CH_3 ;

12. Pyridin-3-sulfonylchloridová sloučenina podle nároku 11, kde A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy, 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxy, trifluormethoxyskupinu, chlor nebo fluor; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethyl, methylthio, methyl, trifluormethyl, trifluormethoxyskupinu, fluor, chlor nebo methoxykarbonyl; a D znamená vodík, fluor, chlor, brom nebo methyl.

13. Pyridin-3-sulfonylchloridová sloučenina podle nároku 12, kde A znamená methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, methoxymethoxy, methoxyethoxy, 2-fluorethoxy, 2-chlorethoxy, 2,2-difluorethoxy nebo 1-(fluormethyl)-2-fluorethoxyskupinu; B znamená vodík, methoxy, ethoxy, propoxy, 1-methylethoxy, trifluormethyl nebo methoxykarbonyl; a D znamená vodík nebo methyl.

14. 2-Amino[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinová sloučenina obecného vzorce:



kde

W znamená $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, Cl, Br, F nebo H

Z znamená $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$, H, F, Cl, Br, I, $S(C_1-C_3 \text{ alkyl})$ nebo CH_3 případně substituovaný až třemi atomy fluoru; s tím, že alespoň jeden ze symbolů W a Z znamená $O(C_1-C_3 \text{ alkyl})$.

15. 2-Amino[1,2,4]triazolo[1,5-c]pyrimidinová sloučenina podle nároku 14, kde W znamená methoxyskupinu a Z znamená methoxyskupinu, fluor, chlor nebo brom.