



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 090 557** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **C 07 D 211/70, 471/04, A 01 N 43/40, 43/90**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 5001229/04, 26.07.1991

(30) Приоритет: 27.07.1990 GB 9016476

(46) Дата публикации: 20.09.1997

(56) Ссылки: Заявка ЕПВ N 0070389, кл. C 07 D 471/04, 1983. Патент Великобритании N 2182562, кл. A 01 N 43/40, 1987. Патент США N 4936121, кл. A 01 N 42/40, 1990. Заявка ФРГ N 3643993, кл. C 07 D 213/82, 1987.

(71) Заявитель:
Сандос АГ (CH)

(72) Изобретатель: Карл Зекингер[DE]

(73) Патентообладатель:
Сандос АГ (CH)

(54) ПРОИЗВОДНЫЕ ГИДРИРОВАННЫХ N-ЗАМЕЩЕННЫХ ПИРИДИНОВ, СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ, ГЕРБИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ И СПОСОБ БОРЬБЫ С СОРНЯКАМИ

(57) Реферат:

Использование: в сельском хозяйстве в качестве гербицида. Сущность изобретения: продукты: производные гидрированных N-замещенных пиридинов ф-лы I, приведенной в описании, где A - NH, R₁ - галоген, R₂ - галоген или цианогруппа, R₃ - водород, C₂-C₅-алкенил, C₂-C₅-алкинил,

галоген, нитро, R₄ - гидроксикарбонил или C₁-C₅-алкилоксикарбонил, или A и R₄ образуют группу - N-C(O). Реагент 1: изоцианат ф-лы II, приведенной в описании. Реагент 2: гидрированный пиридин ф-лы III, приведенной в описании. Условия реакции: в водной среде в присутствии основания при 0 - 20°C. 4 с.п. ф-лы, 5 табл.

RU 2 090 557 C1

RU 2 090 557 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 090 557** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **C 07 D 211/70, 471/04, A 01 N**
43/40, 43/90

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 5001229/04, 26.07.1991

(30) Priority: 27.07.1990 GB 9016476

(46) Date of publication: 20.09.1997

(71) Applicant:
Sandoz AG (CH)

(72) Inventor: Karl Zekinger[DE]

(73) Proprietor:
Sandoz AG (CH)

(54) DERIVATIVES OF HYDROGENATED N-SUBSTITUTED PYRIDINES, METHOD OF THEIR SYNTHESIS, HERBICIDE COMPOSITION AND METHOD OF WEED CONTROL

(57) Abstract:

FIELD: organic chemistry. SUBSTANCE: product: derivatives of hydrogenated N-substituted pyridines of the formula (I) given in description where: A - NH; R₁ - halogen; R₂ - halogen or cyano-group; R₃ - hydrogen, C₂-C₅-alkenyl, C₂-C₅-alkynyl, halogen, nitro-group; R₄ - hydroxycarbonyl or C₁-C₅-alkylhydroxycarbonyl, or A and R₄ form

group -N-C(O). Reagent 1: isocyanate of the formula (II) given in description. Reagent 2: hydrogenated pyridine of the formula (III) given in description. Reaction conditions: in an aqueous medium, in the presence of base, at 0-20 °C. Synthesized compounds were used in agriculture as herbicides. EFFECT: improved method of synthesis. 4 cl, 5 tbl

RU 2 090 557 C1

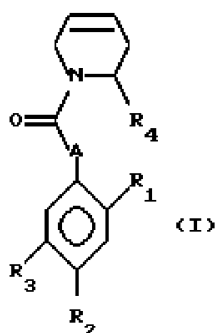
RU 2 090 557 C1

Настоящее изобретение относится к новым производным гидрированных N-замещенных пиридинов, способу их получения, а также к новым гербицидным композициям и способу борьбы с сорняками.

Известны производные N-замещенных пиридинов, в частности 2-(4-хлор-2-фтор-5-изопропилоксибензил)-5,6,7,8-тетрагидроимидазо [1,5-a] пиридин-1,3-(2H, 8a H)-дион (патент EP-A 40389), обладающие высокой гербицидной активностью.

Задачей настоящего изобретения является создание новых производных гидрированных N-замещенных пиридинов, обладающих высокой гербицидной активностью, но толерантных в отношении культурных растений.

Поставленная задача достигается новыми производными гидрированных N-замещенных пиридинов общей формулы I

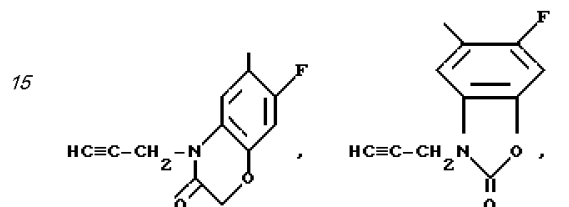
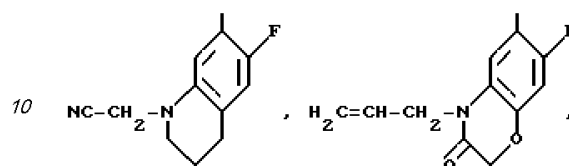
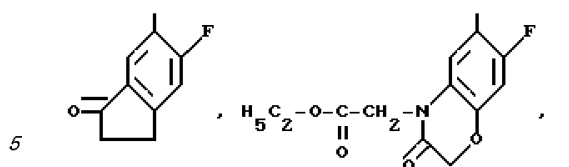


в которой А является группой NH;

R₁ галоген;

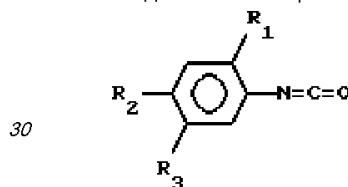
R₂ галоген или цианогруппа;

R₃ водород, C₂-C₅-алкенил, C₂-C₅-алкинил галоген, нитро, циано, C₁-C₅ алкилсульфилокси, циклоамилокси, C₁-C₅-алкилсульфонил, C₁-C₅-алкилтио, C₁-C₅-алкилоксикарбонил, C₁-C₅-алкилоксикарбонилокси, C₁-C₅-алкилоксикарбонилдиокси, C₂-C₅-алкенилокси, C₂-C₅-алкинил или -O-(C₁-C₅)алкилен-R₅-группа, в которой R₅ - водород, C₁-C₅ алкил, C₂-C₅ алкенил или C₂-C₅ алкинил, причем углеводородный остаток, в случае необходимости, может быть замещен галогеном или цианогруппой, или R₂ и R₃ вместе с фенильным кольцом образуют радикалы формул:

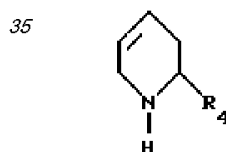


20 R₄ гидроксикарбонил или C₁-C₅ - алкилоксикарбонилгруппа или А и R₄ образуют группу -N-C(O)-, ориентированную таким образом, что атом азота связан с С О группами соединения (I).

25 Соединения формулы I получают путем взаимодействия изоцианата общей формулы



с гидрированным пиридином общей формулы (II)



40 где R₁-R₄ имеют значения, указанные выше, с последующим выделением целевого продукта или переводом его в соединение, в котором А и R₄ образуют -N-C(O)- путем конденсации амидной и эфирной групп соединения формулы I.

45 Указанную реакцию можно проводить в среде различных растворителей в различных условиях. По одному из вариантов реакцию проводят в присутствии основания в водной среде. Предпочтительными основаниями являются гидроксиды щелочных металлов, такие как гидроксид натрия или калия. Реакцию в этом случае проводят при пониженной температуре, а именно при температуре ниже комнатной, предпочтительно при 0 -20°C. Целевое соединение может быть выделено известными способами, например путем подкисления, фильтрации и экстракции.

60 Реакцию проводят также в среде инертного растворителя, например толуола, диэтилового эфира или метилхлорида, при температуре 0 -100°C, предпочтительно при комнатной или близкой к ней температуре. Целевое соединение и в этом случае выделяют известными способами, например путем отгонки растворителя, с помощью хроматографии или экстракции.

Исходные соединения являются

известными и могут быть получены известными способами.

Соединения формулы (I), представляющие собой гидантоин, могут быть получены из производных мочевины формулы (I). Для этой цели проводят реакцию конденсации между амидом и эфирной группой производного мочевины формулы (I). Реакция облегчается в присутствии кислоты или нуклеофильного агента. По одному из вариантов реакцию проводят в среде спирта, например этанола, в присутствии кислоты, например HCl. Реакцию можно проводить при температуре от комнатной до температуры кипения. Предпочтительно проводить ее при температуре кипения. Целевой продукт выделяют известными способами, например путем упаривания или кристаллизации.

По другому варианту реакцию проводят в среде спирта, например метанола, в присутствии нуклеофильного агента, например K_2CO_3 . Реакцию можно проводить при температуре от близкой к комнатной до 60 °C, предпочтительно при примерно 50 °C. Для получения целевого продукта образующееся соединение обрабатывают хлоридом аммония. Целевой продукт может быть затем выделен известными способами, например путем экстракции или кристаллизации.

Соединения формулы (I) являются ценными продуктами, поскольку с их помощью можно эффективно осуществлять контроль роста растений. Под растениями имеются в виду проросшие семена, рассада и укоренившиеся растения, в том числе и их подземные части. В частности, предлагаемые соединения могут использоваться в качестве гербицидов, поскольку, как показали результаты различных стандартных испытаний, они оказывают вредное действие и на однодольные, и на двудольные растения. Их гербицидное действие проявляется как при предвсходовой, так и при послевсходовой обработках растений. Такое гербицидное действие означает, что соединения формулы (I) представляют интерес, в частности, для борьбы с сорняками (нежелательной растительностью).

Соединения формулы (I) более активны по отношению к двудольным, чем к однодольным растениям. Они менее токсичны к культурным растениям, чем к сорнякам. Поэтому, в частности, они представляют интерес в качестве селективных гербицидов для борьбы с сорняками культурных растений, в частности таких, как сахарная свекла, подсолнечник, хлопчатник, соя, кукуруза и пшеница.

Предметом настоящего изобретения является также способ борьбы с сорняками на посевных площадях, включающий обработку сорняков или места их произрастания эффективным в гербицидном отношении количеством заявляемых соединений. Для обеспечения селективного действия количество используемого для обработки соединения должно быть достаточным для уничтожения сорняков и в то же время таким, чтобы оно не причиняло существенного вреда культурным растениям.

При использовании соединений в соответствии с настоящим изобретением в качестве гербицидов общего или селективного действия расход их может меняться в зависимости от ряда факторов,

таких как природа используемого соединения и растений, произрастающих на обрабатываемой площади, способ обработки и форма препарата, условия, в которых проводится обработка, такие как характер почвы, погода и т.п. Как правило, однако, удовлетворительные результаты при контроле сорняков достигаются при расходе соединений в соответствии с настоящим изобретением 0,01 5, предпочтительно 0,01 1, наиболее предпочтительно 0,01 0,5 кг/га. При необходимости может быть проведена повторная обработка. При обработке заявляемыми соединениями культурных растений расход их обычно не должен превышать примерно 1 кг/га. Как правило, он находится в пределах 0,01 1 кг/га.

Для практического использования в качестве гербицидов соединения формулы (I) могут и предпочтительно применяются в виде композиций, включающих эффективное с точки зрения гербицидной активности количество соединения формулы (I) и инертный носитель, приемлемый с сельскохозяйственной точки зрения. Под сельскохозяйственной приемлемостью имеется в виду, что присутствие его в композиции не должно вызывать отравления окружающей сельскохозяйственной среды, включая почву на обрабатываемом участке, находящиеся в ней растения, или оказывать какое-либо другое опасное действие при обработке. Такие композиции могут содержать 0,01 99 мас. активного компонента, 0 20 мас. приемлемых с точки зрения возможности использования в сельском хозяйстве поверхностно-активных веществ и 1 99,99 мас. инертного носителя. В некоторых случаях целесообразно использовать композиции с более высоким соотношением между поверхностно-активным веществом и активным компонентом. Готовые для употребления формы заявляемых композиций обычно содержат 0,01 25 мас. активного компонента. Содержание его, однако, может быть и большим или меньшим и зависит от назначения композиции и физических свойств соединений. Концентрированные формы композиций, которые разбавляются перед употреблением, обычно содержат 2 -90, предпочтительно 10 80% активного компонента.

Композиции соединений в соответствии с настоящим изобретением включают дусты, грануляты, таблетированные формы, концентраты суспензий, смачивающиеся порошки, концентраты эмульсий и т.п. Все они получают обычными способами, например путем смешения соединений в соответствии с настоящим изобретением с инертным носителем. В частности, жидкие композиции получают путем смешения компонентов, мелкодисперсные твердые композиции смешением и, как правило, измельчением, суспензии мокрым помолом, грануляты и таблетированные формы пропиткой или нанесением покрытия из активного компонента на предварительно сформованный гранулированный носитель или агломерированием.

Так, например, дусты могут быть получены путем измельчения и смешения активного компонента с твердым инертным носителем, таким как тальк, глина, диоксид кремния и т.п. Грануляты могут быть получены путем

нанесения соединения, обычно растворенного в подходящем растворителе, или пропитки этим раствором гранулированного носителя, например аттапульгита или вермикулита, с размером частиц, находящимся обычно в пределах от примерно 0,3 до 1,5 мм. Смачивающиеся порошки, которые могут быть диспергированы в воде или масле с получением любой нужной концентрации активного компонента, могут быть получены путем включения смачивателей в концентраты дустов.

Соединения в соответствии с настоящим изобретением могут использоваться также в микрокапсулированной форме.

Для улучшения характеристик активного компонента, снижения пенообразования, слеживаемости и коррозионной активности в гербицидные композиции могут вводиться приемлемые с точки зрения возможности использования в сельском хозяйстве добавки.

Под поверхностно-активными веществами в данном случае имеются в виду приемлемые с точки зрения возможности использования в сельском хозяйстве материалы, обеспечивающие эмульгируемость, хорошую рассеиваемость, смачивание, диспергируемость или другие связанные с модификацией поверхности свойства. Примерами поверхностно-активных веществ являются лигнинсульфонат и лаурилсульфат натрия.

Под носителями в данном случае имеются в виду жидкие или твердые материалы, используемые для разбавления концентрата до пригодной для использования или нужной концентрации. В случае дустов или гранулятов ими могут быть, например, тальк, каолин или диатомовая земля; в случае жидких концентратов углеводороды, например ксилол или спирты, в частности изопропанол, а в случае жидких форм для обработки например, вода или дизельное топливо.

Композиции в соответствии с настоящей заявкой могут включать и другие соединения, обладающие биологической активностью, например соединения, обладающие аналогичной или дополняющей гербицидной активностью, или соединения-антидоты или обладающие фунгицидной или инсектицидной активностью.

Типичные гербицидные композиции в соответствии с настоящим изобретением иллюстрируются нижеприведенными примерами А, В и С, в которых содержание компонентов выражено в массовых частях.

Если это не оговорено, приведенные температуры выражены в градусах Цельсия.

Пример А.

1-[[[4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенил)амино] карбонил]-1,2,3-тетрагидро-2-пиридинкарбоновая кислота (соединение 1.1).

К раствору 3,28 г (0,02 моля) гидрохлорида 1,2,3,6-тетрагидро-2-пиридинкарбоновой кислоты в 40 мл 1 н раствора NaOH добавляют в несколько приемов 4,6 г (0,02 моля) твердого тонко-измельченного 4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенилизоцианат а. В процессе добавления с помощью ледяной бани поддерживают температуру 5 °С. После окончания добавления раствор перемешивают при комнатной температуре в

течение 4,5 ч, после чего фильтруют, отсасывая осадок.

Фильтрат осторожно подкисляют 15%-ной соляной кислотой.

Осадок отсасывают, промывают водой и растворяют в 150 мл метилхлорида.

Сухой (Na₂SO₄) раствор упаривают до получения вязкой жидкости и растирают с 200 мл смеси диэтилового эфира и гексана (5:1), получая в результате чистое целевое соединение в виде почти бесцветных кристаллов. Темп. плавл. 115 -116°С.

Пример В.

Метиловый эфир 1-[[[4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенил)амино] карбонил]-1,2,3,6-тетрагидро-2-пиридинкарбоновой кислоты (соединение 1.2).

К перемешиваемому раствору 5,65 г (0,04 моля) метилового эфира 1,2,3,6-тетрагидро-2-пиридинкарбоновой кислоты в 75 мл сухого толуола добавляют по каплям без охлаждения 9,2 г (0,04 моля) 4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенилизоцианат а, растворенного в 200 мл сухого толуола.

После затухания экзотермической реакции (29°) реакционную смесь перемешивают в течение 5 ч при температуре окружающей среды и затем упаривают досуха.

Остаток подвергают хроматографии на силикагелевой колонке.

Элюирование смесью гексана и диэтилового эфира (3:2) приводит к получению целевого соединения, вначале в виде желтоватого сиропа, который, однако, затем отверждается. Темп. плавл. 88-89°.

Таким же образом, как это описано в примерах А и В, получают соединения в соответствии с табл. 1.

Пример С.

2-(4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенил)-8,8-а-дигидроимидазо [1,5-а]

-пиридин-1,3-(2Н,5Н)-дион (соединение 2.3).

Раствор 1,43 г (0,004 моля)

1-[[[4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенил)амино] карбонил]

-1,2,3,6-тетрагидро-2-пиридинкарбоновой кислоты в 20 мл этанола и 20 мл 2 н HCl кипятят с обратным холодильником в течение 4 ч. После упаривания реакционного раствора в ротационном выпарном аппарате получают целевое соединение в виде бледно-желтой сиропообразной жидкости, представляющей собой по данным тонкослойной хроматографии (R_f 0,35, неподвижная фаза силикагель, подвижная фаза смесь этилацетата и гексана в соотношении 1:1, проявление с помощью 10%-ного раствора KMnO₄) индивидуальное соединение.

При охлаждении в течение ночи при -15 ° происходит полное ее отверждение с образованием кристаллической массы (растирание с гексаном). Темп. плавл. 90 -92 °С.

Пример D.

2-(2,4-дихлор-5-изопропоксифенил)-8,8-а-дигидроимидазо

[1,5-а]-пиридин-1,3-(2Н,5Н)-дион (соединение 2.1).

Суспензию 1,36 г (0,0035 моля) метилового эфира

1-[[[2,4-дихлор-5-изопропоксифенил)амино] карбонил]-1,2,3,6-тетрагидро-2-пиридинкарбоновой кислоты в 18 мл этанола и 18 мл 2 н соляной кислоты кипятят в течение 4 ч с

обратным холодильником, после чего упаривают в вакууме.

Остаток растворяют в метилхлориде, промывают 75 мл воды, высушивают (Na_2SO_4) и фильтруют.

Оставшийся после упаривания фильтрата сироп растворяют в 20 мл диэтилового эфира.

Охлаждение в течение ночи при -18° приводит к образованию целевого соединения в виде бесцветных кристаллов. Темп. плавл. $125-126^\circ$.

Пример Е.

2(4-хлор-2-фтор-5-оксифенил)-8,8а-дигидроимидазо [1,5-а] -пиридин-1,3-(2Н,5Н)-дион (соединение 2.2).

Перемешивают в течение 2 ч при 50° смесь 8,4 г (0,0217 моля) метилового эфира

1-[[[(4-хлор-2-фтор-5-метоксикарбонил)оксифенил]-амино] карбонил]-2-пиридинкарбоновой кислоты, 3 г (0,0217 моля) K_2CO_3 и 175 мл метанола.

Образующуюся реакцию смесь желтого цвета затем упаривают в вакууме и остаток обрабатывают 200 мл насыщенного раствора NH_4Cl .

Образующееся целевое соединение экстрагируют тремя порциями по 120 мл диэтилового эфира и эфирные экстракты высушивают над безводным Na_2SO_4 .

Кристаллическую массу, остающуюся после выпаривания растворителя в ротационном выпарном аппарате, растирают со смесью гексана и диэтилового эфира (5:1), получая в результате бесцветные кристаллы. Темп. плавл. $195-197^\circ\text{C}$.

Пример F.

2(4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенил)-8,8 а-дигидроимидазо [1,5-а] пиридин-1,3-(2Н,5Н)-дион (соединение 2.3).

К перемешиваемому раствору 2,82 г (0,02 моля) метилового эфира 1,2,3,6-тетрагидро-2-пиридинкарбоновой кислоты в 40 мл сухого толуола, содержащего 0,8 мл триэтиламина, добавляют без охлаждения 4,6 г (0,02 моля) 4-хлор-2-фтор-5-изопропоксифенилизоцианат а в 100 мл толуола. После добавления всего количества изоцианата реакцию смесь перемешивают при комнатной температуре в течение 18 ч и затем упаривают в вакууме.

Остающуюся после упаривания вязкую жидкость растворяют в 50 мл смеси гексана и диэтилового эфира (1:1) и фильтруют.

Фильтрат выдерживают в течение ночи при -15° , в результате чего образуются бесцветные кристаллы. Темп. плавл. $90-92^\circ\text{C}$.

Таким же образом, как это описано в примере F, путем взаимодействия метилового эфира

1,2,3,6-тетрагидро-2-пиридинкарбоновой кислоты с соответствующим арилизоцианатом или арилизоциотиоцианатом получают целевые соединения в соответствии с табл. 2.

Сокращения.

(1) смесь 4- и 5-замещенных изомеров,

(2) $\text{Ar}-\text{R}_2-4-\text{R}_3-5-\text{R}_4$ -фенил,

(3)

Ar_1 2,4-дигидробензо[б]-1,4-бисазин-3-он-6-ил,

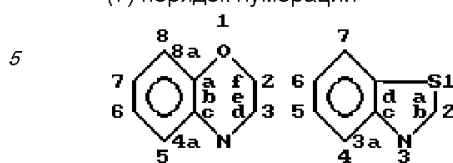
(4)

Ar_2 3,4-дигидро-2Н-хиноксалин-2-он-7-ил,

(5) Ar_3 1Н-хиноксалин-2-он-7-ил,

(6) Ar_4 бензо[д]-1,3-тиазол-2(3Н)-он-5-ил,

(7) порядок нумерации



Пример А.

Получение дуста.

10 частей соединения формулы (I) и 90 частей порошкообразного талька смешивают в механической мельнице-смесителе и измельчают до получения гомогенного сыпучего дуста с нужным размером частиц. Полученный таким образом дуст может использоваться для обработки площадей, пораженных сорняками.

Пример В.

Получение смачивающегося порошка.

Смешивают и измельчают 25 частей соединения формулы (I), 25 частей синтетического тонкодисперсного диоксида кремния, 2 части лаурилсульфата натрия, 3 части лигнинсульфоната натрия и 45 частей тонкоизмельченного каолина до получения частиц со средним размером примерно 5 мкм. Полученный смачивающийся порошок разбавляют перед использованием водой до нужной концентрации, получая в результате жидкость для опрыскивания.

Пример С.

Получение концентрата эмульсии (ЕС).

Смешивают в стакане 13 частей соединения формулы (I) с 7 частями токсимула 360А (смесь анионного и неионогенного поверхностно-активных веществ с преобладающим содержанием неионогенных поверхностно-активных веществ), 24 частями диметилформамида и 56 частями тениеко 500-100 (в основном смесь алкилированных ароматических соединений, таких как ксилол и этилбензол) до получения раствора. Полученный таким образом ЕС разбавляют водой перед использованием.

Биологические испытания

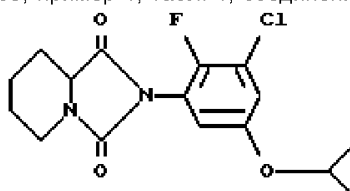
Гербицидную активность соединений в соответствии с настоящим изобретением испытывали в опытах по контролю различных видов сорняков при предвсходовой и послевсходовой обработках. Испытания проводили на следующих сорняках: Abutilon theophrasti, Amaranthus retroflex, Sinapis alba, Solanum nigrus, Bromus teetorum, Setaria viridis, avena fatua и Echinochloa crus-galli.

В опытах по предвсходовой обработке маленькие пластиковые горшки, заполненные сухой землей, засевали семенами различных сорняков. Через 24 или менее часов после посева горшки опрыскивали водой до увлажнения почвы, а затем производили опрыскивание поверхности почвы соединениями или композициями испытуемых соединений в виде водных эмульсий или ацетоновых растворов с определением содержания эмульгатора. После опрыскивания горшки помещали в теплицу, где их подогревали в соответствии с необходимостью и поливали раз в день или чаще. Растения выдерживали в этих условиях 14-21 день, после чего оценивали их состояние и нанесенный им ущерб.

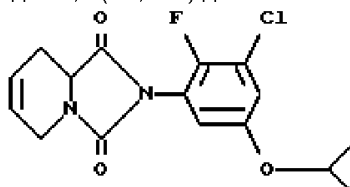
В опытах по послевсходовой обработке соединениями или композициями испытуемых соединений в виде водных эмульсий опрыскивали листья различных сорняков на определенной стадии развития. После обработки растения помещали в теплицу, где их поливали раз в день или чаще таким образом, чтобы вода не попадала на листья. Через 21 день после обработки производили оценку нанесенного растениям ущерба.

Отчет о гербицидной активности
Сравнение гербицидных тестов соединения согласно изобретению и структурных аналогов проводят, чтобы установить влияние структурных различий на гербицидную активность.

Соединение А (известное):
2-(4-хлор-2-фтор-5-изопропилоксифенил)-5,6,7,8-тетрагидроимидазо [1,5-а] пиридин-1,3-(2Н, 8аН)-дион (описан EP-A 70389, пример 1, табл. 1, соединение N 7)



Соединение 2.3:
2-(4-хлор-2-фтор-5-изопропилоксифенил)-5,8-дигидроимидазо [1,5-а] пиридин-1,3-(2Н,8аН)-дион



Метод.

А. Предвсходовый гербицидный тест.

Предвсходовый тест проводят в тепличных горшках, которые наполняют почвой песчано-жирноглинистого типа и засевают семенами сорняков: *Abutilon theophrasti*, *Capsella bursa-pastoris*, *Chenopodium album*, *Datura stramonium*, *Ipomoea purpurea*, *Portulaca Oleracea*, *Sida spinosa*, *Solanum nigrum*, *Stellaria media*, *Digitaria sanguinalis* and *Panicum dichotomiflorum* и семенами хлопка, сои, сахарной свеклы, подсолнечника, кукурузы, пшеницы и сорго обыкновенного.

Семена покрывают почвой, затем горшки опрыскивают 100 г актив. инг./га и 330 г акт. инг./га объемом опрыскивания 600 л/га.

Горшки увлажняют при необходимости и выдерживают в теплице в стандартных условиях. Гербицидную активность оценивают визуально (0 100% подавление в сравнении с необработанным контролем) через 25 дней после применения.

В. Послевсходовый гербицидный тест.

Послевсходовый тест проводят в тепличных горшках, которые заполняют песчано-жирноглинистой почвой и засевают семенами сорной травы: *Abutilon theophrasti*, *Capsella bursa-pastoris*, *Chenopodium album*, *Datura stramonium*, *Ipomoea purpurea*, *Portulaca oleracea*, *Sida spinosa*, *Solanum nigrum*, *Stellaria media*, *Digitaria sanguinalis* and *Panicum dichotomiflorum* и семенами хлопка, сои, сахарной свеклы, кукурузы, пшеницы и сорго обыкновенного.

Горшки культивируют в теплице в стандартных условиях. Когда у растений появляются два листочка, их опрыскивают тремя нормами 110, 330 и 1000 г акт. инг./га, объемом 600 л/га. Горшки увлажняют при необходимости и выдерживают в теплице в стандартных условиях.

Гербицидную активность оценивают визуально через 25 дней после применения. Результаты сведены в табл. 3 и 4.

В обоих тестах, как предвсходовом, так и послевсходовом, соединения А и 2.3 обладают очень высокой гербицидной активностью против испытываемой сорной травы.

В испытываемых растениях оба соединения толерантны к хлопку и подсолнечнику в предвсходовом тесте и к кукурузе в послевсходовом тесте.

Неожиданно соединение 2.3 также толерантно к сое, кукурузе и пшенице в предвсходовый период и к сое и подсолнечнику в послевсходовый период. В самых низких концентрациях соединение 2.3 также толерантно к пшенице и сорго.

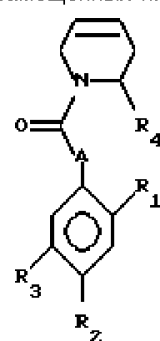
Аналогично проводят испытания гербицидной активности других представителей соединений общей формулы I на двудольных и монопольных сорняках. Количество активного ингредиента составляет 250 г/га. Результаты сведены в табл. 5.

Обозначения в табл. 5:

1 0% подавление,
2 10% подавление,
9 90% подавление.

Формула изобретения:

1. Производные гидрированных N-замещенных пиридинов общей формулы I

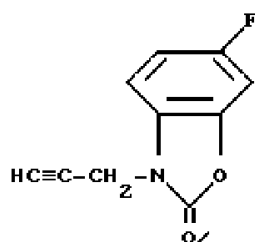
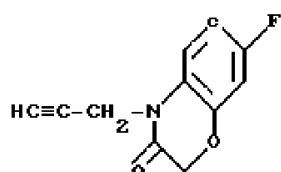
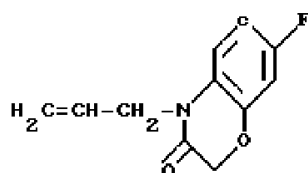
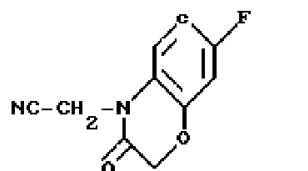
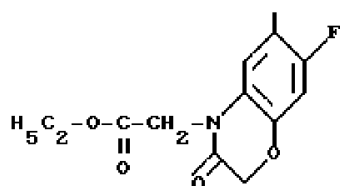
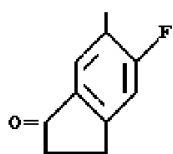


где А группа NH;

R₁ галоген;

R₂ галоген или цианогруппа;

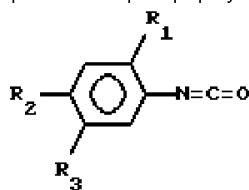
R₃ водород, C₂ C₅-алкинил, C₂ - C₅-алкинил, галоген, нитро, циано, C₁ - C₅-алкилсульфонилокси, циклоамилокси, C₁ - C₅-алкилсульфонил, C₁ C₅- алкилтио, C₁ - C₅-алкилоксикарбонил, C₁ C₅-алкилоксикарбонилокси, C₂ C₅-алкинил или -O-(C₁ C₅)-алкилен; R₅ группа, в которой R₅ водород, C₁ - C₅-алкил, C₁ C₅-алкинил, или C₂ - C₅-алкинил, причем углеводородный остаток, в случае необходимости, может быть замещен галогеном или цианогруппой или R₂ и R₃ вместе с фенильным кольцом образуют радикалы формул



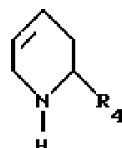
R_4 -гидроксикарбонил или C_1 C_5 алкилоксикарбонилгруппа или A и R_4 образуют группу-N-C(O)-

ориентированную таким образом, что атом азота связан с C=O группами соединения I.

2. Способ получения производных гидрированных N-замещенных пиридинов формулы I по п. 1, отличающийся тем, что



подвергают взаимодействию с гидрированным пиридином общей формулы



где R_1 R_4 имеют значения, указанные в п.1,

с последующим выделением целевого продукта или переводом его в соединение, в котором A и R_4 образуют группу -N-C(O)- путем конденсации амидной и эфирной групп соединения формулы I.

3. Гербицидная композиция, включающая активный ингредиент производное гидрированного N-замещенного пиридина и целевые добавки, отличающаяся тем, что в качестве производного гидрированного N-замещенного пиридина она содержит соединение формулы I по п.1 в эффективном количестве.

4. Способ борьбы с сорняками путем обработки места их произрастания гербицидной композицией, включающей активный ингредиент производное гидрированного N-замещенного пиридина и целевые добавки, отличающийся тем, что в качестве гербицидной композиции используют композицию по п. 3 в эффективном количестве активного ингредиента/га.

RU 2090557 C1

RU 2090557 C1

Таблица 1

Производные мочевины формулы I (A=NH)

Часть А

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	R ₆	(R ₅) _m	Температура плавл. или R _f на силикагеле
1.1	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	COOH	H	115 - 116°
1.2	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	COOCH ₃	H	88 - 89°
1.3	F	Cl	OCOCH ₃	COOCH ₃	H	109 - 111°
1.4	F	Cl	OSO ₂ CH ₃	COOCH ₃	H	136 - 138°
1.5	Cl	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	COOCH ₃	H	86 - 87°
1.6	H	Cl	H	COOH	H	117 - 118°
1.7	F	Cl	Br	COOCH ₃	H	103 - 105°
1.8	F	Cl	I	"	H	112°
1.9	F	Cl	Cl	"	H	118°
1.10	F	Cl	CN	"	H	149 - 150°
1.11	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	"	H	104 - 106°
1.12	F	Cl	OC ₃ H ₇ -H	"	H	91°
1.13	F	Cl	OCH ₂ CH ₃	"	H	63°
1.14	F	Cl	OCH ₃	"	H	102°
1.15	F	Cl	О-циклопентил	COOCH ₃	H	105°
1.16	F	Cl	OCH ₂ CH=CHCH ₃	"	H	
1.17	F	Cl	OCH ₂ C(CH ₃)=CH ₂	"	H	
1.18	F	Cl	OCH(CH ₃)CH=CH ₂	"	H	
1.19	F	Cl	OCH ₂ CH=C(CH ₃) ₂	"	H	
1.20	F	Cl	OCH ₂ C(Br)=CH ₂	"	H	

Продолжение таблицы 1

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	R ₆	(R ₅) _m	Температура плавл. или R _f на силикагеле
1.21	F	Cl	OCH ₂ CH=CH-Br	"	H	
1.22	F	Cl	OCH ₂ CH=CH-COOCH ₃	"	H	
1.23	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	COOC ₃ H ₇ -изо	H	
1.24	F	Cl	"	COOCH ₂ CH=CH ₂	H	
1.25	F	Cl	"	COOCH ₂ C≡CH	H	
1.26	F	Cl	"	COOC(CH ₃)HOCOSCH ₃	H	
1.27	F	Cl	"	COOCH ₂ OCOSCH ₃	H	
1.28	F	Cl	"	COON=C(CH ₃) ₂	H	
1.29	F	Cl	"	CONHCH ₂ COOSCH ₃	H	
1.30	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	CONHSO ₂ -фенил	H	
1.31	F	Cl	"	COSCH ₂ CH ₃	H	
1.32	F	CH ₃	"	COOCH ₃	H	
1.33	F	CN	"	"	H	
1.34	F	CN	COOC ₄ H ₉ -втор.	"	H	
1.35	F	Cl	CH ₂ SCCH ₃	"	H	
1.36	F	Cl	CH ₂ SO ₂ CH ₃	"	H	
1.37	F	Cl	SO ₂ C ₃ H ₇ -изо	"	H	
1.38	F	Cl	NO ₂	"	H	101°
1.39	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	COOCH ₂ OCH ₂ CHOCH ₃	H	
1.40	F	Cl	"	COOCH ₃	2-CH ₃	
1.41	F	Cl	"	"	2-CH ₃	
1.42	F	Cl	"	"	4(5)-CH ₃ ⁽¹⁾	
1.43	F	Cl	"	"	4(5)-CH ₂ CH ₃ ⁽¹⁾	
1.44	F	Cl	"	"	4(5)Cl ⁽¹⁾	
1.45	F	Cl	"	"	8-F	

Продолжение таблицы 1

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	(R ₅) _m	Температура плавл. или R _f на силикагеле
1.46	F	Cl	OS ₃ H ₇ -изо	COOCH ₃	3,6-(CH ₃) ₂	103 - 105° 66°
1.47	F	Cl	"	"	4,6,6-(CH ₃) ₃	
1.48	F	Cl	OS(CH ₃)C≡CH	COOCH ₃	H	
1.49	F	Cl	OS(CH ₃)CH ₂ CH ₃	"	H	
1.50	F	Cl	OSCH ₂ -фенил	"	H	
1.51	F	Cl	OSCH(CH ₃)фенил	"	H	
1.52	F	Cl	OSCH(CH ₃)CH ₂ OSCH ₃	"	H	
1.53	F	Cl	OSCH ₂ C(O)CH ₃	"	H	
1.54	F	Cl	OSCH ₂ CH=CH ₂	"	H	
1.55	F	Cl	OSCH ₂ CH-CHCl	"	H	
1.56	F	Cl	OSCH ₂ CH(Cl)=CH ₂	"	H	
1.57	F	Cl	OSCH ₂ -(2,2-ди-Cl-циклопропил)	"	H	
1.58	F	Cl	OSCH ₂ -(2-Cl-циклопропил)	"	H	
1.59	F	Cl	OSCH ₂ -циклопропил	"	H	
1.60	F	Cl	OSCH ₂ CH ₂ OSCH ₂ CH ₃	"	H	
1.61	F	Cl	OSCH ₂ -(тетрагидрофуран-2-ил)	"	H	
1.62	F	Cl	OSCH ₂ -(тетрагидрофуран-2-ил)	COOCH ₃	H	
1.63	F	Cl	OSCH ₂ -(5,6-дигидро-2-Н-тиин-3-ил)	"	H	
1.64	F	Cl	OSCH ₂ -C(=NOCH ₃)COOC ₂ H ₅	"	H	
1.65	F	Cl	OSCH ₂ -(1,3-диоксолан-2-ил)	"	H	
1.66	F	Cl	OSCH ₂ -(1,3-дитиолан-2-ил)	"	H	
1.67	F	Cl	OSCH ₂ -CO-(1,4-оксазин-4-ил)	"	H	
1.68	F	Cl	OSCH ₂ COOC ₅ H ₁₁ -н	"	H	
1.69	F	Cl	O-(2-оксоциклопентил-1)	"	H	

Продолжение таблицы 1

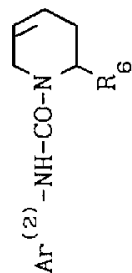
Пример	R ₂	R ₃	R ₄	R ₆	(R ₅) _m	Температура плавл. или R _f на силикагеле
1.70	F	Cl	OP(O)(OCH ₃) ₂	"	H	
1.71	F	Cl	OCH(SCH ₃)-COOCH ₂ CH ₂ Cl	"	H	
1.72	F	Cl	OCH ₂ P(O)(OCH ₂ CH ₃) ₂	"	H	
1.73	F	Cl	OCH ₂ CF ₃	"		
1.74	F	Cl	OCHF ₂	"	H	
1.75	F	Cl	OCH ₂ COOциклопентил	"	H	
1.76	F	Cl	OCH ₂ -(1-пиразолил)	"	H	
1.77	F	Cl	4-[C ₂ H ₅ OOC-CH(CH ₃)-O]фенокси	"	H	
1.78	F	Cl	OCH ₂ -(тиен-2-ил)	COOCH ₃	H	
1.79	F	Cl	OCH(CH ₃)-(3-CH ₃ -1,2,4-оксадиазол-5-ил)	"	H	
1.80	F	Cl	SC ₃ H ₇ -изо	"	H	80 - 81°
1.81	F	Cl	SCH ₂ C≡CH	"	H	
1.82	F	Cl	SCH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.83	F	Cl	SCH(CH ₃)-COOC ₂ H ₅	"	H	
1.84	F	Cl	SCH ₂ -фенил	"	H	
1.85	F	Cl	S-(тетрагидропиран-2-ил)	"	H	
1.86	F	Cl	NCH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.87	F	Cl	N(CH) ₂	"	H	
1.88	F	Cl	N-(CH ₃)-COOCH ₂ CH ₃	"	H	
1.89	F	Cl	NHCOCH(CH ₃)-CH ₂ CH ₃	"	H	
1.90	F	Cl	NHCH(C ₂ H ₅)-P(O)(C ₂ H ₅)(OC ₂ H ₅)	"	H	
1.91	F	Cl	COOC ₃ H ₇ -изо	"	H	0,43 (этилацетат-гексан 1:1)
1.92	F	Cl	COOCH(CH ₂ F ₂)	"	H	
1.93	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ OCH ₃	"	H	

Продолжение таблицы 1

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	R ₆	(R ₅) _m	Температура плавл. или R _f на силикагеле
1.94	F	Cl	COON=C(CH ₃) ₂	"	H	
1.95	F	Cl	COOCH ₂ F	COOCH ₃	H	
1.96	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ OSi(CH ₃) ₃	"	H	
1.97	F	Cl	COOCH ₂ Si(CH ₃) ₃	"	H	
1.98	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ P(O)(OCH ₃) ₂	"	H	
1.99	F	Cl	COOCH(CH ₃)CH ₂ Si(CH ₃) ₃	"	H	
1.100	F	Cl	COOCH(C ₂ H ₅)P(O)(OCH ₃) ₂	"	H	
1.101	F	Cl	COOCH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.102	F	Cl	COOCH ₂ OSOCCH ₃	"	H	
1.103	F	Cl	COOCH(CH ₃)OSO-пиперидин-1-ил	"	H	
1.104	F	Cl	CON(CH ₃) ₂	"	H	
1.105	F	Cl	CON(CH ₃)OCH ₃	"	H	
1.106	F	Cl	CONSO ₂ CH ₃	"	H	
1.107	F	Cl	CONHOCH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.108	F	Cl	CONHCH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.109	F	Cl	CHO	"	H	
1.110	F	Cl	COOCH ₃	"	H	
1.111	F	Cl	4-(C ₂ H ₅ ООС)-1,3-диоксолан-2-ил	COOCH ₃	H	
1.112	F	Cl	2-CH ₃ -1,3-диоксолан-2-ил	"	H	
1.113	F	Cl	4,4-ди-CH ₃ -(4,5-дигидрооксазол-2-ил)	"	H	
1.114	F	Cl	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	"	H	
1.116	F	Cl	CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.117	F	Cl	CH ₂ C(CN)(CH ₃)-COOC ₂ H ₅	"	H	
1.118	F	Cl	CH ₂ C-(CH ₃)(COOC ₂ H ₅) ₂	"	H	

Продолжение таблицы 1

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	R ₆	(R ₅) _m	Температура плавл. или R _f на силикагеле
1.119	F	Cl	CH ₂ OCH ₃	"	H	237 - 238°
1.120	F	Cl	CH ₂ OCH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.121	F	Cl	CH ₂ NHCH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.122	F	Cl	CH ₂ CH ₂ NH	"	H	
1.123	F	Cl	CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	"	H	
1.124	F	Cl	CH ₂ CH(CH ₃)-COOC ₂ H ₅	"	H	0,47(этилацетат : гексан 1:1) 150 - 151° 92 - 94°
1.125	F	Cl	CH=CH-CN	COOCH ₃	H	
1.126	F	Cl	CH=CH-COOC ₂ H ₅	"	H	
1.127	F	Cl	CH=C(Br)-COOC ₂ H ₅	"	H	
1.164	F	Cl	COOCH ₃	"	H	
1.165	F	Cl	CCl=CH ₂	"	H	92 - 94°
1.166	F	Cl	C≡CH	"	H	



Часть В: Производные мочевины формулы

Пример N	Ar ⁽²⁾	R ₆	Темп. плавл. или R _f на силикагеле
1.128	5-F-индан-1-он-6-ил	COOCH ₃	129 °; 0,42 (этил-ацетат)
1.129	4-(C ₂ H ₅ OCOCH ₂)-7-F-Ar ₁	"	123-125°
1.130	(CH ₃ OCH ₂)-7-F-Ar ₁	"	
1.131	4-(CNCH ₂)-7-F-Ar ₁	"	
1.132	4-CH ₃ -7-F-Ar ₁	"	
1.133	4-аллил-7-F-Ar ₁	"	

Продолжение табл. 1

Пример N	Ar ⁽²⁾	R ₆	Темп. плавл. или R _f на силигакеле
1.134	4-CH ₂ -(тетрагидропиран-4-ил)-7-F-Ar ₁	"	
1.135	4-CH ₂ -(5,6-дигидро-2H-nbvy-3-ил-7-F-Ar ₁	"	
1.137	4-CH ₂ -(2-пиразинил)-7-F-Ar ₁	"	
1.138	2,2,5-три-Ф-бензо [d]-диоксол-6-ил	"	
1.139	4-CH ₃ -7-Ф-бензо[e]- 1,3-диоксин-6-ил	"	
1.140	4-(2-пропинил-7-Ф-бензо [b] 14-тиазин-3-он-6-ил	"	
1.141	4-(2-пропинил)-7-Ф-Ar ₁	"	
1.142	1-(2-пропинил)-6-Ф-Ar ₂ ⁽⁴⁾	COOCH ₃	
1.143	1-аллил-6-Ф-Ar ₂	"	
1.144	1-(2-пропинил)-6-Ф-Ar ₃ ⁽⁵⁾	"	
1.145	1-аллил-6-Ф-Ar ₃	"	
1.146	1-аллил-6-Ф-хинолин-2 (Hl)-он-7-ил	"	
1.147	3-(2-пропинил)-6-Ф-бензо [d]-1,3-оксазол-2(3H)-он-5-ил	"	
1.148	4-(1,2-оксазол-3-ил-CH ₂)-7-Ф-Ar ₁	"	
1.149	4-(5-CH ₃ -1,2,4-оксадиазол-3-ил-CH ₂)-7-Ф-Ar ₁	"	
1.150	3-(1,2-оксазол-3-ил-CH ₂)-6-Ф-Ar ₄ ⁽⁶⁾	"	
1.151	3-(2-пиридил-CH ₂)-6-Ф-Ar ₄	"	
1.152	5-Ф-2,3-дигидробензо [b] фуран-6-ил	"	
1.153	5-Ф-l-CH ₃ -индол-6-ил	"	
1.154	1-(2-пропинил)-5-Ф-бензо [d] пиразол-6-ил	"	
1.155	1-(2-пропинил)-5-Ф-бензо [d]-1,2,3-триазол-6-ил	"	
1.156	1-аллил-5-Ф-1,3-дигидроиндол-2-он-6-ил	"	
1.157	5-Ф-1,3-диметил-1,3-дигидроиндол-2-он-6-ил	"	
1.158	5-Ф-бензо [d] имидазол-3 (H,3H)-он-6-ил	COOCH ₃	
1.159	5-Ф-l-(2-пропинил)-lH-индол-2,3-дион-6-ил	"	
1.160	6-Ф-хроман-7-ил	"	

Продолжение табл. 1

Пример N	Ag ⁽²⁾	R ₆	Темп. плавл. или R _f на силигакеле
1.161	6-F-2,3-дигидробензо [b]-1,4-диоксин-7-ил	"	
1.162	6-F-I-(2-пропинил)3,4-дигидрохинолин-2(Н)-ои-7-ил	"	
1.163	7-F-4-изопропилхромен-2-он-6-ил	"	

Т а б л и ц а 2

Гидантоиновые соединения формулы I (А и R₆ связаны друг с другом, образуя группу -N-C(X), ориентированную таким образом, что N связан с группой C=O соединения формулы (I).

Часть А

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	X	(R ₅) _m	Температура плавления или R _f на силигакеле
2.1	Cl	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	O	H	125 - 126°
2.2	F	Cl	OH	O	H	195 - 196°
2.3	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	O	H	90 - 92°
2.4	F	Cl	"	S	H	0,44 (гексан-этилацетат 1 : 1)
2.5	F	Cl	OCH ₃	O	H	130 - 131°
2.6	F	Cl	OCH ₂ CN	O	H	0,25 (гексан-этилацетат 1 : 1)
2.7	F	Cl	OCH(CH ₃)COOCH ₃	O	H	138 - 139°
2.8	F	Cl	Br	O	H	115 - 116°
2.9	F	Cl	I	O	H	135°
2.10	F	Cl	Cl	O	H	116°
2.11	F	Cl	CN	O	H	191°
2.12	F	Cl	OSO ₂ CH ₃	O	H	143 - 144°
2.13	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	O	H	129 - 131°
2.14	F	Cl	OC ₃ H ₇ -H	O	H	126°

Продолжение табл. 2

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	X	(R ₅) _m	Температура плавления или R _f на силикагеле
2.15	F	Cl	OCH ₂ CH ₃	O	H	127°
2.16	F	Cl	O-циклопентил	O	H	113°
2.17	F	Cl	OSOCH ₃	O	H	117 - 118°
2.18	F	Cl	OCH ₂ CH=CHCH ₃	O	H	90°
2.19	F	Cl	OCH ₂ (CH ₃)CH=CH ₂	O	H	0,4 (гексан-этилацетат 1 : 1)
2.20	F	Cl	OCH ₂ C(CH ₃)=CH ₂	O	H	127°
2.21	F	Cl	OCH ₂ CH=C(CH ₃) ₂	O	H	109 - 110°
2.22	F	Cl	OCH ₂ C(Br)=CH ₂	O	H	60 - 62°
2.23	F	Cl	OCH ₂ CH=CH-Br	O	H	135 - 136°
2.24	F	Cl	OCH ₂ CH=CH-COOCCH ₃	O	H	144°
2.25	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	O	H	
2.26	F	Cl	COOC ₄ H ₉ -втор.	O	H	
2.27	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	O	H	
2.28	F	Cl	CH ₂ SOCH ₃	O	H	
2.29	F	Cl	CH ₂ SO ₂ CH ₃	O	H	
2.30	F	Cl	SO ₂ C ₃ H ₇ -изо	O	H	153°
2.31	F	Cl	NO ₂	O	H	108°
2.32	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	O	8a-CH ₃	
2.33	F	Cl	OC ₃ H ₇ -изо	O	5-CH ₃	
2.34	F	Cl	"	O	6(7)-CH ₃	
2.35	F	Cl	"	O	6(7)-C ₂ H ₅	
2.36	F	Cl	"	O	6(7)-Cl	
2.37	F	Cl	"	O	8-F	
2.38	F	Cl	"	O	5,8-(CH ₃) ₂	
2.39	F	Cl	"	O	5,5,7-(CH ₃) ₃	

Продолжение табл. 2

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	X	(R ₅) _m	Температура плавления или R _f на силикагеле
2.40	F	Cl	OCH(CH ₃)-C≡CH	O	H	0,32 (гексан-этил-ацетат 1:1)
2.41	F	Cl	OCH(CH ₃)-CH ₂ CH ₃	O	H	0,41 (гексан-диэтиловый эфир 1:2)
2.42	F	Cl	OCH ₂ -фенил	O	H	
2.43	F	Cl	OCH(CH ₃)-фенил	O	H	
2.44	F	Cl	OC(CH ₃)H-CH ₂ OCH ₃	O	H	
2.45	F	Cl	OCH ₂ C(O)CH ₃	O	H	127°
2.46	F	Cl	OCH ₂ CH=CH ₂	O	H	49-51°
2.47	F	Cl	OCH ₂ CH=CHCl	O	H	101-102°
2.48	F	Cl	OCH ₂ CH(Cl)=CH ₂	O	H	
2.49	F	Cl	OCH ₂ -(2,2-диCl-циклопропил)	O	H	
2.50	F	Cl	OCH ₂ -(2-Cl-циклопропил)	O	H	
2.51	F	Cl	OCH ₂ -циклопропил	O	H	
2.52	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₃	O	H	
2.53	F	Cl	OCH ₂ -(2-тетрагидрофуран)	O	H	
2.54	F	Cl	OCH ₂ -(2-тетрагидропиранил)	O	H	
2.55	F	Cl	OCH ₂ -(2H-5,6-дигидротииин-3-ил)	O	H	
2.56	F	Cl	OCH ₂ -C(=NOCH ₃)-COOC ₂ H ₅	O	H	
2.57	F	Cl	OCH ₂ -(1,3-диоксолан-2-ил)	O	H	
2.58	F	Cl	OCH ₂ -(1,3-дитиолан-2-ил)	O	H	
2.59	F	Cl	OCH ₂ -CO-(1,4-оксазин-4-ил)	O	H	
2.60	F	Cl	OCH ₂ -COOC ₅ H ₁₁ -H	O	H	
2.61	F	Cl	O-(2-оксоциклопентил)	O	H	
2.62	F	Cl	OP(O)(OCH ₃) ₂	O	H	
2.63	F	Cl	OCH(SCH ₃)-COOCH ₂ CH ₂ Cl	O	H	
2.64	F	Cl	OCH ₂ P(O)(OCH ₂ CH ₃) ₂	O	H	

Продолжение табл.2

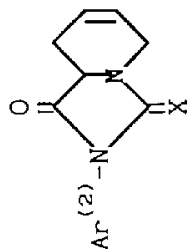
Пример	R ₂	R ₃	R ₄	X	(R ₅) _m	Температура плавления или R _f на силикагеле
2.65	F	Cl	OCH ₂ CF ₃	O	H	110-111°
2.66	F	Cl	OSnF ₂	O	H	
2.67	F	Cl	OCH ₂ COO(циклопентил)	O	H	
2.68	F	Cl	OCH ₂ -(1-пиразолил)	O	H	
2.69	F	Cl	4-[C ₂ H ₃ ООС-CH(CH ₃)-O] фенокси	O	H	
2.70	F	Cl	OCH ₂ -(2-тиенил)	O	H	
2.71	F	Cl	OCH(CH ₃)-(3-CH ₃ -1,2,4-оксадиазолил-5-ил)	O	H	
2.72	F	Cl	SC ₃ H ₇ -изо	O	H	
2.73	F	Cl	SCH ₂ C=CH	O	H	
2.74	F	Cl	SCH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	
2.75	F	Cl	SCH(CH ₃)-COOC ₂ H ₅	O	H	0,38 (гексанэтилацетат 1:1)
2.76	F	Cl	sCH ₂ -фенил	O	H	
2.77	F	Cl	s-(тетрагидро-2-пиранил)	O	H	
2.78	F	Cl	NCH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	
2.79	F	Cl	N(CH ₃) ₂	O	H	
2.80	F	Cl	N-(CH ₃)COOCH ₂ CH ₃	O	H	
2.81	F	Cl	NHCICH(CH ₃)-CH ₂ CH ₃	O	H	
2.82	F	Cl	NHCH(C ₂ H ₅)-P(O)(C ₂ H ₅)(OC ₂ H ₅)	O	H	
2.83	F	Cl	COOC ₃ H ₇ -изо	O	H	
2.84	F	Cl	COOCH(CH ₂ F) ₂	O	H	
2.85	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ OCH ₃	O	H	
2.86	F	Cl	COON=C(CH ₃) ₂	O	H	
2.87	F	Cl	COOCH ₂ F	O	H	
2.88	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ OSi(CH ₃) ₃	O	H	
2.89	F	Cl	COOCH ₂ Si(CH ₃) ₃	O	H	

Продолжение табл.2

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	X	(R ₅) _m	Температура плавления или R _f на силикагеле
2.90	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ P(O)(OCH ₃) ₂	O	H	
2.91	F	Cl	COOCH(CH ₃)CH ₂ S(CH ₃) ₃	O	H	
2.92	F	Cl	COOCH(C ₂ H ₅)P(O)(OCH ₃) ₂	O	H	
2.93	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ P(O)(OCH ₃) ₂	O	H	
2.94	F	Cl	COOCH ₂ CH ₂ COOCH ₃	O	H	
2.95	F	Cl	COOCH(CH ₃)OCO-пиперидин-1-ил	O	H	
2.96	F	Cl	CON(CH ₃) ₂	O	H	
2.97	F	Cl	CON(CH ₃)(OCH ₃)	O	H	
2.98	F	Cl	CONHSO ₂ CH ₃	O	H	
2.99	F	Cl	CONHOCH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	
2.100	F	Cl	CONHCH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	
2.101	F	Cl	CHO	O	H	
2.102	F	Cl	COCH ₃	O	H	
2.103	F	Cl	4-COOC ₂ H ₅ -1,3-диоксолан-2-ил	O	H	
2.104	F	Cl	2-CH ₃ -1,3-диоксолан-2-ил	O	H	
2.106	F	Cl	CH ₃	O	H	
2.107	F	Cl	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	O	H	
2.108	F	Cl	CH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	
2.109	F	Cl	CH ₂ C(CN)(CH ₃)COOC ₂ H ₅	O	H	
2.110	F	Cl	CH ₂ C(CH ₃)(COOC ₂ H ₅) ₂	O	H	
2.111	F	Cl	CH ₂ OCH ₃	O	H	
2.112	F	Cl	CH ₂ OCH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	
2.113	F	Cl	CH ₂ NHCH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	
2.114	F	Cl	CH ₂ CH ₂ CN	O	H	
2.115	F	Cl	CH ₂ CH ₂ COOC ₂ H ₅	O	H	

Продолжение табл.2

Пример	R ₂	R ₃	R ₄	X	(R ₃) _m	Температура плавления или R _f на силикагеле
2.116	F	Cl	CH ₂ CH(CH ₃)-COOC ₂ H ₅	O	H	
2.117	F	Cl	CH=CH-CN	O	H	
2.118	F	Cl	CH=CH-COOC ₂ H ₅	O	H	
2.119	F	Cl	CH=C(Br)-COOC ₂ H ₅	O	H	
2.156	F	Cl	C≡CH	O	H	133°
2.157			COOCH ₃	O	H	158°
2.158	F	Cl	CCl=CH ₂	O	H	0.29 (этилацетат:гексан 1:1)



Часть В: Гидантоиновые соединения формулы

Пример	Ar ⁽²⁾	X	Температура плавлен. или R _f на силикагеле
2.120	5-F-индан-1-он-6-ил	0	198-199°
2.121	4-(C ₂ H ₅ OOC-CH ₂)-7-F-Ar ₁	0	138-139°
2.122	4-(CH ₃ OCH ₂)-7-F-Ar ₁	0	
2.123	4-(CNCH ₂)-7-F-Ar ₁	0	
2.124	4-CH ₃ -7-F-Ar ₁	0	
2.125	4-аллил-7-F-Ar ₁	0	161-163°
2.126	4-CH ₂ -(тетрагидропиран-4-ил)-7-F-Ar ₁	0	
2.127	4-CH ₂ -(5,6-дигидро-2-Н-тиин-3-ил)	0	
2.128	4-CH ₂ -(2-пиридин)-7-F-Ar ₁	0	

Продолжение табл.2

Пример	Ag ⁽²⁾	X	Температура плавлен. или R _f на силикагеле
2.129	4-(пиразин-2-ил-метил)-7-F-Ar ₁	0	236-238°
2.130	2,2,5-три-F-бензо[a]-диоксол-6-ил	0	
2.131	4-CH ₃ -7-F-бензо[e]-1,3-диоксин-6-ил	0	
2.132	4-(2пропинил)-7-F-бензо[b]-1,4-тиазин-3-он-6-ил	0	
2.133	4-(2-пропинил)-7-F-Ar ₁	0	
2.134	1-(2-пропинил)-6-F-Ar ₂	0	
2.135	1-аллил-6-F-Ar ₂	0	
2.136	1-(2-пропинил)-6-F-Ar ₃	0	
2.137	1-аллил-6-F-Ar ₃	0	
2.138	1-аллил-6-F-хинолин-2(1H)-он-7-ил	0	
2.139	3-(2-пропинил)-6-F-бензо[a]-1,3-оксазол-2(3H)-он-5-ил	0	186-189°
2.140	4-(1,2-оксазол-3-ил-CH ₂)-7-F-Ar ₁	0	
2.141	4-(5-CH ₃ -1,2,4-оксадиазол-3-ил-CH ₂)-7-F-Ar ₁	0	
2.142	3-(1,2-оксазол-3-ил-CH ₂)-6-F-Ar ₄	0	
2.143	3-(2пиридил-CH ₂)-6-F-Ar ₄	0	
2.144	5-F-2,3-дигидробензо[b]фуран-6-ил	0	
2.145	5-F-1-CH ₃ -индол-6-ил	0	
2.146	1-(2-пропинил)-5-бензо[d]пиразол-6-ил	0	
2.147	1-(2-пропинил)-5-бензо[d]пиразол-6-ил	0	
2.148	1-аллил-5-F-1,3-дигидроиндол-2-ое-6-ил	0	
2.149	5-F-1,3-диметил-1,3-дигидроиндол-2-он-6-ил	0	
2.150	5-F-бензо[d]имидазол-2(1H,3H)-он-6-ил	0	
2.151	5-F-1-(2-пропинил)-1H-индол-2,3-дион-6-ил	0	
2.152	6-F-хроаман-7-ил	0	
2.153	6-F-2,3-дигидробензо[b]-1,4-диоксин-7-ил	0	
2.154	6-F-1-(2-пропинил)-3,4-дигидрохинолин-2(1H)-он-7-ил	0	
2.155	7-F-4-изопропилхромен-2-он-6-ил	0	

Таблица 3

Результаты
А. Предвсходовые тесты

Растение	Соединение А		Соединение 2, 3	
	110 г/га	110 г/га	330 г/га	330 г/га
amutlon	100	100	100	90
cfpsella	90	100	100	100
chenopodium	90	100	100	100
datura	90	100	100	100
ipomoea	20	100	20	50
polygoum	100	100	100	100
portulaca	100	100	100	100
sida	100	100	100	100
solamun	100	100	100	100
stellaria	20	100	90	100
digitaria	100	100	100	100
panicum	100	100	90	100
хлопок	0	30	0	20
соя	30	100	0	20
сах. свекла	100	100	50	100
подсолнечник	0	10	0	0
кукуруза	60	70	0	30
пшеница	80	100	0	40
sorgo	80	90	20	90

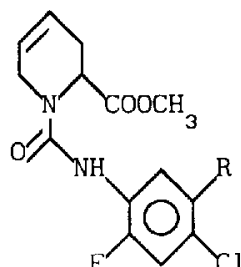
Таблица 4

В. Послевсходовый тест

Растение	Соединение А			Соединение 2, 3		
	110 г/га	330 г/га	1000 г/га	110 г/га	330 г/га	1000 г/га
amutlon	100	100	100	100	100	100
cfpsella	60	100	100	80	100	100
chenopodium	100	100	100	100	100	100
datura	100	100	100	100	100	100
ipomoea	100	100	100	80	70	90
polygoum	100	100	100	100	100	100
portulaca	100	100	100	100	100	100
sida	100	100	100	90	100	100
solamun	100	100	100	100	100	100
stellaria	100	100	100	100	100	100
digitaria	100	100	100	100	100	100
panicum	90	100	100	100	100	100
хлопок	100	100	100	90	100	100
соя	70	90	90	10	20	40
сах. свекла	80	100	100	90	90	100
подсолнечник	60	70	90	20	30	40

Растение	Соединение А			Соединение 2, 3		
	110 г/га	330 г/га	1000 г/га	110 г/га	330 г/га	1000 г/га
кукуруза	10	30	40	10	10	20
пшеница	50	50	80	10	20	70
сорго	70	80	100	20	40	90

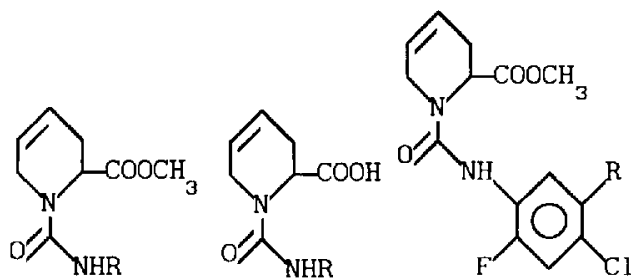
Таблица 5



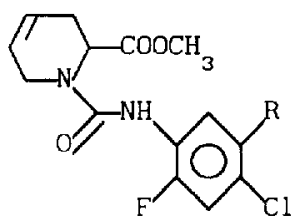
Пример	R	1,11 	1,48 	1,14 OCH ₃	1,13 OCH ₂ CH ₃	1,12 OCH ₂ CH ₃ CH ₃	1,2 OCH (CH ₃) ₂	1,449 	1,1
Дозы		104-06°	103-05°	102°	63°	91°	88-89°	66°	105°
Abutilon	pr	9	9	9	9	9	9	1	9
Amaranthus	pr	9	9	9	9	9	9	4	9
Sinapis	pr	9	9	9	9	9	9	1	5
Solanum	pr	9	9	9	9	9	9	9	9
Bromus	pr	9	9	1	9	9	6	1	7
Setaria	pr	9	9	9	8	9	8	1	6
Avena f.	pr	9	9	8	8	8	7	1	1
Echinochloa	pr	9	9	8	8	7	8	3	4
Abutilon	po	9	9	9	9	9	9	9	9
Amaranthus	po	9	9	9	9	9	9	9	9
Sinapis	po	9	2	4	5	3	7	5	3
Solanum	po	9	9	9	9	7	9	9	9
Bromus	po	4	2	1	1	1	3	1	1
Setaria	po	9	4	3	1	1	8	1	1
Avena f.	po	8	2	1	1	1	6	1	1
Echinochloa	po	8	9	1	1	1	7	1	1

pr - предвсходовая

po - послевсходовая



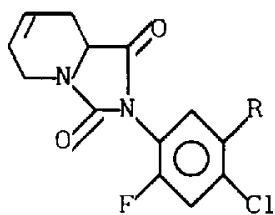
Пример	R	1,2	1,6	1,1	1,165	1,164 COOCH ₃
Дозы		88-89°	117-18°	115-16°	150-51°	R _f =0,47
Abutilon	pr	9	1	9	9	9
Amaranthus	pr	9	1	9	9	9
Sinapis	pr	9	1	9	9	9
Solanum	pr	9	1	9	9	9
Bromus	pr	6	1	7	1	9
Setaria	pr	8	1	9	2	8
Avena f.	pr	7	1	8	1	8
Echinochloa	pr	8	1	9	1	9
Abutilon	po	9	4	9	9	9
Amaranthus	po	9	1	9	9	9
Sinapis	po	7	1	7	3	9
Solanum	po	9	1	9	9	9
Bromus	po	3	1	5	1	6
Setaria	po	8	3	9	2	9
Avena f.	po	6	1	6	1	9
Echinochloa	po	7	1	7	2	9



Пример		1,3 OCO ₂ CH ₃ 109-11°	2,12 OSO ₂ CH ₃ 136-38°	1,9 Ce 118°	1,7 Br 103-05°	1,8 J 112°	1,80 SCH(CH ₃) ₂ 80-81°
	R						
Дозы							
Abutilon	pr	9	8	3	1	1	9
Amaranthus	pr	1	8	1	1	3	9
Sinapis	pr	1	8	1	1	1	7
Solanum	pr	1	9	9	1	9	9
Bromus	pr	3	3	1	1	1	1
Setaria	pr	4	2	1	1	1	1
Avena f.	pr	1	1	1	1	1	1
Echinochloa	pr	1	3	1	1	1	1
Abutilon	po	9	9	1	9	8	9
Amaranthus	po	8	9	3	9	6	9
Sinapis	po	1	1	1	5	1	4
Solanum	po	4	7	4	9	3	9
Bromus	po	1	1	1	1	1	1
Setaria	po	3	1	1	1	1	1
Avena f.	po	1	1	1	1	1	1
Echinochloa	po	1	1	1	1	1	1

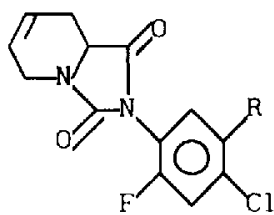
RU 2090557 C1

RU 2090557 C1

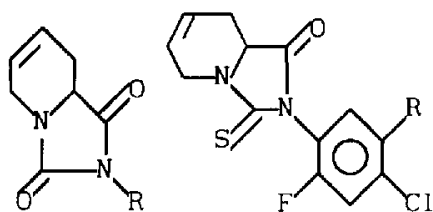


Пример	R	2,19  $R_f=0,4$	2,20  127°	2,18  $89-91^\circ$	2,22  $109-10^\circ$	2,23  $60-62^\circ$	2,46  127°	2,13  $129-31^\circ$
Дозы								
Abutilon	pr	9	9	9	4	8	9	9
Amaranthus	pr	9	7	8	5	8	9	9
Sinapis	pr	9	1	4	3	9	9	9
Solanum	pr	9	9	7	4	9	9	9
Bromus	pr	9	8	7	5	5	9	9
Setaria	pr	9	7	6	6	5	9	9
Avena f.	pr	9	8	6	3	5	9	9
Echinochloa	pr	9	7	6	6	7	9	9
Abutilon	po	9	5	9	4	4	1	9
Amaranthus	po	9	4	7	1	5	9	9
Sinapis	po	6	1	3	1	3	1	7
Solanum	po	9	3	3	1	3	9	9
Bromus	po	6	1	1	1	1	1	1
Setaria	po	6	3	1	1	3	5	7
Avena f.	po	1	1	1	1	1	2	1
Echinochloa	po	3	1	1	1	1	5	3

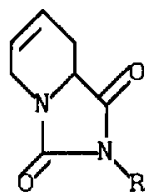
R_f определяют в растворе гексан-этилацетат 1:1



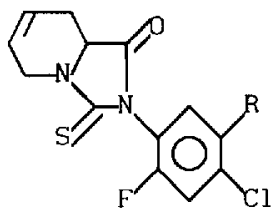
Пример		2,2 OH 195-97°	2,12 OSO ₂ CH ₃ 143-44°	2,10 Cl 116°	2,11 CN 191°
Дозы	R				
Abutilon	pr	9	9	1	4
Amaranthus	pr	1	6	1	1
Sinapis	pr	1	7	1	9
Solanum	pr	1	9	1	1
Bromus	pr	1	1	1	1
Setaria	pr	6	1	1	5
Avena f.	pr	1	1	1	1
Echinochloa	pr	1	1	1	1
Abutilon	po	5	5	5	1
Amaranthus	po	6	4	5	4
Sinapis	po	1	1	3	1
Solanum	po	1	1	5	3
Bromus	po	1	1	4	1
Setaria	po	1	1	6	1
Avena f.	po	1	1	5	1
Echinochloa	po	1	1	3	1



Пример		2,3	2,1	2,4 OC ₃ H ₇ -i
R				
Дозы		90-91°	125-26°	
Abutilon	pr	9	9	5
Amaranthus	pr	9	9	8
Sinapis	pr	9	4	5
Solanum	pr	9	3	7
Bromus	pr	7	1	1
Setaria	pr	8	7	1
Avena f.	pr	8	1	1
Echinochloa	pr	9	1	1
Abutilon	po	9	1	9
Amaranthus	po	9	4	9
Sinapis	po	7	1	9
Solanum	po	9	3	9
Bromus	po	1	1	5
Setaria	po	1	1	8
Avena f.	po	1	1	1
Echinochloa	po	1	1	1

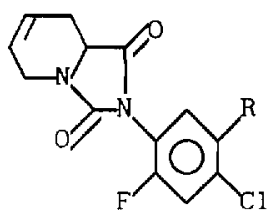


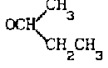
Пример	R	2,123	2,125	2,25	2,133	2,139
Дозы						
Abutilon	pr	9	9	9	9	6
Amaranthus	pr	9	9	9	9	9
Sinapis	pr	8	9	9	9	9
Solanum	pr	9	9	9	9	8
Bromus	pr	1	4	9	9	1
Setaria	pr	3	7	9	9	1
Avena f.	pr	1	7	9	9	1
Echinochloa	pr	1	7	9	9	1
Abutilon	po	9	9	9	9	9
Amaranthus	po	8	9	9	9	9
Sinapis	po	3	5	8	7	4
Solanum	po	5	7	9	9	9
Bromus	po	1	4	3	3	1
Setaria	po	4	6	9	8	5
Avena f.	po	3	4	3	4	3
Echinochloa	po	1	5	9	9	1



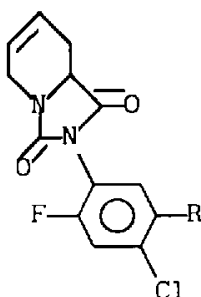
Пример		2,47	2,48	2,6	2,13	2,40
	R					
Дозы		49-51°	101-02°	R _f =0,25	129-31°	
Abutilon	pr	3	9	9	9	9
Amaranthus	pr	3	9	9	9	9
Sinapis	pr	9	7	1	9	9
Solanum	pr	4	9	9	9	9
Bromus	pr	1	8	1	9	9
Setaria	pr	1	4	1	9	9
Avena f.	pr	1	4	1	9	9
Echinochloa	pr	1	6	1	9	9
Abutilon	po	5	9	9	9	9
Amaranthus	po	5	9	9	9	9
Sinapis	po	3	1	3	7	7
Solanum	po	5	8	9	9	9
Bromus	po	1	1	1	1	5
Setaria	po	1	1	3	2	8
Avena f.	po	1	1	1	1	7
Echinochloa	po	1	1	1	3	9

R_f измеряют в гексане-диэтиловом эфире 1:2



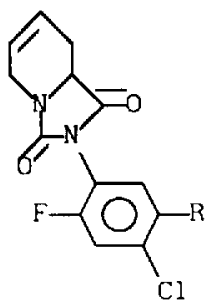
Пример		2,5 OCH ₃	2,15 OCH ₂ CH ₃	2,14 OCH ₂ CH ₂ CH ₃	2,3 OCH (CH ₃) ₂	2,41 	2,16 	2,7 	2,6 
Дозы	R	130-31°	127°	126°	90-91°	R _f =0,41	113°	138-39°	R _f =0,25
Abutilon	pr	9	9	9	9	9	8	9	9
Amaranthus	pr	9	9	9	9	9	9	9	9
Sinapis	pr	9	9	9	9	9	8	7	1
Solanum	pr	9	9	9	9	9	9	4	9
Bromus	pr	1	9	9	7	7	9	1	1
Setaria	pr	9	9	9	8	8	9	3	1
Avena f.	pr	3	9	9	8	6	7	1	1
Echinochloa	pr	8	9	9	9	8	7	1	1
Abutilon	po	9	9	9	9	8	8	1	9
Amaranthus	po	9	9	9	9	8	7	3	9
Sinapis	po	1	4	3	7	8	3	1	3
Solanum	po	8	8	6	9	8	3	1	9
Bromus	po	1	3	1	6	4	3	1	1
Setaria	po	4	4	1	9	5	5	1	3
Avena f.	po	1	1	1	8	5	3	1	1
Echinochloa	po	3	1	1	7	6	3	1	1

R_f измеряют в гексане - диэтиловом эфире 1:2



Пример		2,72 SCH (CH ₃) ₂	2,30 	2,157 COOCH ₃	2,83 COOC ₃ H ₇ -i	2,158 	2,156 - ≡V
Дозы	R	110-11°	153°	158°	R _f =0,38		133°
Abutilon	pr	1	1	1	9	9	9
Amaranthus	pr	3	1	9	9	9	9
Sinapis	pr	3	1	9	9	3	9
Solanum	pr	9	1	9	9	9	9
Bromus	pr	1	1	8	5	1	1
Setaria	pr	1	1	9	9	9	9
Avena f.	pr	1	1	8	4	1	1
Echinochloa	pr	1	1	8	9	3	1
Abutilon	po	9	1	1	9	9	9
Amaranthus	po	6	3	7	9	9	9
Sinapis	po	1	1	1	9	2	2
Solanum	po	8	3	7	9	8	9
Bromus	po	1	1	1	3	1	2
Setaria	po	1	1	1	9	3	3
Avena f.	po	1	1	1	9	1	1
Echinochloa	po	1	1	1	9	2	1

R_f измеряют в гексан - этилацетате1:1



Пример		2,83
	R	
Дозы		
Abutilon	pr	9
Amaranthus	pr	9
Sinapis	pr	9
Solanum	pr	9
Bromus	pr	5
Setaria	pr	9
Avena f.	pr	4
Echinochloa	pr	9
Abutilon	po	9
Amaranthus	po	9
Sinapis	po	9
Solanum	po	9
Bromus	po	3
Setaria	po	9
Avena f.	po	9
Echinochloa	po	9