РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ

(19) BG (11) 60886 B2

6(51) A 01 N 43/90
C 07 D 471/02

ОПИСАНИЕ КЪМ ПАТЕНТ ЗА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ПАТЕНТНО ВЕДОМСТВО

(21) Регистров № 98343
(22) Заявено на 29.12.93
(24) Начало на действие на патента от: 29.12.93

Приоритетни данни
(31) (32) (33)

(41) Публикувана заявка в бюлетин № на
(45) Отпечатано на 30.08.96
(46) Публикувано в бюлетин № 5 на 31.05.96
(56) Информационни източници:
US 4886883; US 4605433; US 4731446
US 4992091

(62) Разделена заявка от рег.

(73) Патентопритежател(и):
Dowelanco, Indianapolis, IN (US)

(72) Изобретател(и):
John C. Van Heertum
Concord, CA
Ben C. Gerwick III
Carmel, IN
William A. Kleschick
Indianapolis, IN
Timothy C. Johnson
Concord, CA (US)

(74) Представител по индустриална собственост:
Юлиан Иванов Върбанов, 1000 София, ул. "Позитано" 3, ет. 2

(86) № и дата на PCT заявка:

(87) № и дата на PCT публикация:

Издава се съгласно § 4 от Преходните и заключителни разпоредби на ЗП на основание патент на US № 5163995, издаден на 17.11.92 :

(54) ХЕРБИЦИДНИ АЛКОКСИ-1,2,4-ТРИАЗОЛО[1,5-С]ПИРИМИДИН-2-СУЛФОНАМИДИ

(57) Съединенията са тотални и селективни хербициди и се използват превантивно и при необходимост. Получават се от 5-алкокси-1,2,4-триазоло[1,5-с]пиримидин-2-сулфонилхалогениди чрез кондензация с ортосубституирани N-триалкилсилиланилини и по други методи. Типичен представител на съединенията е N-(2,6-дихлоро-3-метилфенил)-8-флуоро-5-метокси-1,2,4-триазоло[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид.

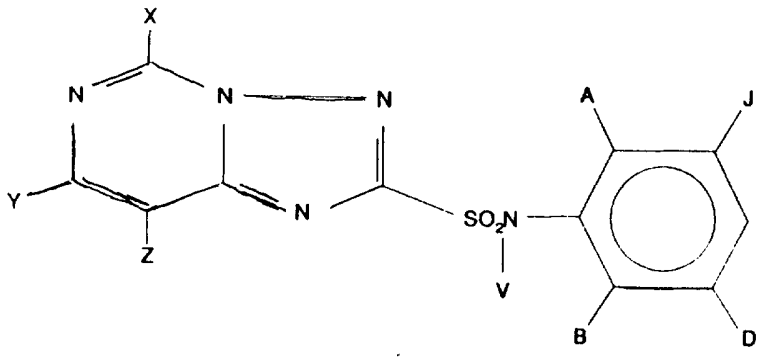
73 претенции

BG 60886 B2

хербициди и на необходими междинни съединения. Известни са също 1,2,4-триазоло-[1,5-a]1,3,5-триазин-2-сулфонамиди, притежаващи хербицидни свойства (U.S. No. 4 605 433), като имидазоло[1,2-a]пиримидин-2-сулфонамиди (U.S. No. 4 731 446) и пиразоло[1,5-a]пиримидин-2-сулфонамиди (U.S. No. 4 992 091).

СЪЩНОСТ НА ИЗОБРЕТЕНИЕТО

Алкокси субституирани 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамиди с формула



Формула I

в която

X представлява OR, H, CH_3, SCH_3 или CF_3;

Y представлява OR, H, CH_3, Cl, Br, F или CF_3; и

Z представлява OR, H, CH_3, CF_3, Cl. Br или F;

при условие, че най-малко един от заместителите X, Y, Z представлява OR и

A представлява F, Cl, Br, C(O)E, C_1-C_4 халоалкил, NO_2, CN, SOR^3 или SO_2R^3;

B представлява H, R, F, Cl, Br, CN, OR^3, SR^3, NR^1R^2, фенил, фенокси или фенилтиорадикал, като всеки фенил, фенокси или фенилтиорадикал притежава по избор 1 до 3 заместителя, избрани от групата, състояща се от F, Cl, Br, CN, CF_3, NO_2 и CH_3;

D и J–всеки от тях представлява H или CH_3 при условие, че най-малко един от D и J представлява H;
V представлява H или $C(O)R^3$;
R представлява C_1-C_3 алкилова група;
R^1 и R^2, всеки от тях поотделно, представлява H или C_1-C_4 алкил;
R^3 представлява C_1-C_4 алкил или C_1-C_4 халоалкил;
E представлява OR^1 или NR^1R^2; и
когато V представлява H, съответните селскостопанско приемливи соли са удобни за използване при контрол на нежелана растителност; въобще, и по-специално в присъствието на тревни култури и соя. Съединенията с формула I, обикновено съдържащи се в хербицидни състави заедно със селскостопанско приемлива добавка или носител, проявяват хербицидни свойства, когато се прилагат директно към нежеланата растителност или местоположението ѝ, преди или след поникването ѝ.

ПОДРОБНО ОПИСАНИЕ НА ИЗОБРЕТЕНИЕТО

Съединенията от настоящето изобретение включват алкокси субституирани 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамиди с формула I, където A, B, D, J, V, X, Y и Z са описани по-горе. Всяко от тези съединения съдържа поне един алкокси заместител в пиримидиновия пръстен и има електрон, привличащ заместител в едната или и в двете–2ра и 6та позиции на анилиновия пръстен. Изобретението също така включва съединенията с формула I, при които X представлява Cl, Br или F, които могат да бъдат използвани като междинни съединения за получаването на съединения, където X представлява OR или SCH_3.

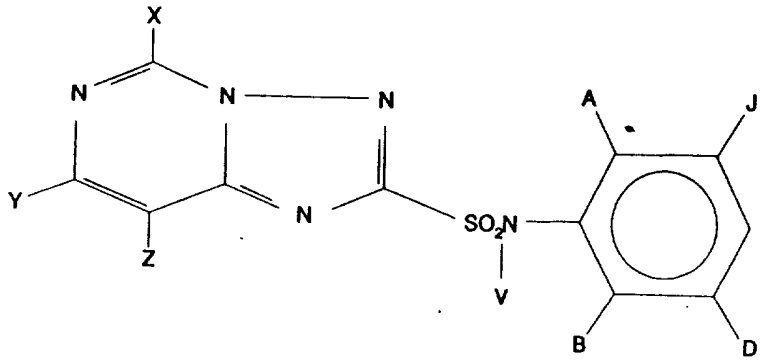
Всички 1,2,4-триазоло[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамидни съединения, описани с формула I, са в обхвата на изобретението, но степента на хербицидна активност и широтата на контрола на плевелите варира в зависимост от присъстващите заместители и затова определени съединения са предпочитани. Съединенията с формула I, където най-малко един от X, Y и Z представляват метокси или етоксигрупа (R от OR представлява метил или етил) са обикновено предпочитани. Съединения с формула I, в които единият или и двата заместителя X и Y представляват метокси или етоксигрупа са често по-предпочитани, а съединения, където X представлява метокси или етоксигрупа са най-много за предпочитане. Съединения, при които и двата заместителя X и Y представляват метокси или етоксигрупа са също понякога за предпочитане. В допълнение, съединения, където Y и/или Z представляват водород, хлор, бром или флуор са понякога за предпочитане. Съединения с формула I, имащи най-малко един електрон привличащ субституент от заместителите A и B в орто позиция на анилиновия пръстен, са в обхвата на изобретението. Тези, при които A представлява флуор, хлор, бром, нитро, CO_2R^1, $CONR^1R^2$ или трифлуорметил, са за предпочитане. В допълнение, тези съединения с формула I, където B представлява водород, флуор, хлор, бром, метил, метокси или метилтио, са най-общо за предпочитане, както и съединенията, където J представлява водород. Съединенията, където V представлява водород и селскостопанско приемливите соли, получени от тях, са също така за предпочитане.

Терминът алкил, както е използван, включва части с права и разклонена верига. Така типични алкилни групи са

метил, етил, 1-метилетил, 1,1-диметилетил, пропил, 2-метилпропил, 1-метилпропил и бутил. Терминът халоалкил включва алкилови части, имащи един или множество халогенни заместители, избрани независимо един от друг от флуор, хлор или бром. Флуорът е предпочитан халоген, а трифлуорометилът е предпочитана C_1-C_4 халоалкилова част. Списък на някои типични съединения от изобретението е даден в таблица 1.

ТАБЛИЦА 1.

1,2,4-ТРИАЗОЛО[1,5-С]ПИРИМИДИН-2-СУЛФОНАМИДИ



Формула I

С-е No.	X	Y	Z	V	A	B	D	J	Температ. на топене °C	Елем. анализ
1.	OCH_3	OCH_3	H	H	Cl	Cl	H	H	211-212	CHN
2.	OCH_3	OCH_3	H	H	Cl	Cl	CH_3	H	212-213	CHN
3.	OCH_3	OCH_3	Br	H	Cl	Cl	H	H	225-226(d)	CHN
4.	OCH_3	OCH_3	Br	H	Cl	Cl	CH_3	H	228-229(d)	CHN
5.	OCH_3	OCH_3	H	H	F	F	H	H	198-199(d)	CHN
6.	OC_2H_5	Cl	H	H	SO_2CH_3	F	H	H	300(d)	CHN

ТАБЛИЦА 1-продължение

1,2,4-ТРИАЗОЛО[1,5-С]ПИРИМИДИН-2-СУЛФОНАМИДИ

С-е No.	X	Y	Z	V	A	B	D	J	Температ. на топене °С	Елем. анализ
7.	OCH_3	H	CH_3	H	CO_2CH_3	F	H	H	175-178(d)	CHN
8.	OCH_3	H	Cl	H	F	SCH_3	H	H	192-195(d)	CHN
9.	OCH_3	F	H	H	CF_3	H	H	H	147-152(d)	CHN
10.	OC_2H_5	Cl	Cl	H	CO_2CH_3	F	H	H	193-193(d)	CHN
11.	OC_2H_5	Cl	Cl	H	Cl	Cl	H	H	238-239(d)	CHN
12.	OCH_3	Cl	Cl	H	F	F	CH_3	H	179-181(d)	CHN
13.	OCH_3	H	H	H	NO_2	CH_3	CH_3	H	214-216(d)	CHN
14.	OCH_3	H	H	H	Cl	OCH_3	H	H	190-192(d)	CHN
15.	OCH_3	CH_3	H	H	Cl	Cl	H	H	208-209	CHN
16.	OCH_3	CH_3	H	H	Cl	Cl	CH_3	H	221-222	CHN
17.	OCH_3	CH_3	H	H	F	F	H	H	187-188	CHN
18.	$OC_3H_{7(i)}$	F	H	H	CO_2CH_3	Cl	H	H	197-198(d)	CHN
19.	$OC_3H_{7(n)}$	F	H	H	CF_3	OCH_3	H	H	159-163	CHN
20.	OCH_3	Br	H	H	Cl	Cl	H	H	212-213(d)	CHN
21.	OC_2H_5	H	Cl	H	Cl	Cl	H	H	240-242(d)	CHN
22.	OC_2H_5	H	Cl	H	F	F	CH_3	H	225-226(d)	CHN
23.	OCH_3	H	Br	H	F	F	H	H	207-210(d)	CHN
24.	OCH_3	H	Br	H	CO_2CH_3	F	H	H	195-197(d)	CHN
25.	OC_2H_5	F	H	H	NO_2	CH_3	H	H	219-220(d)	CHN
26.	OC_2H_5	CH_3	H	H	F	F	CH_3	H	203-205	CHN
27.	OC_2H_5	CH_3	H	H	NO_2	CH_3	H	H	225-227	CHN
28.	OC_2H_5	CH_3	H	H	CO_2CH_3	Cl	H	H	234-238	CHN
29.	CH_3	OCH_3	Cl	H	Cl	Cl	H	H	234-236(d)	CHN
30.	CH_3	OCH_3	Cl	H	Cl	Cl	CH_3	H	231-232	CHN
31.	CH_3	OCH_3	Cl	H	F	F	H	H	219-220	CHN

ТАБЛИЦА 1-продължение

1,2,4-ТРИАЗОЛО[1,5-С]ПИРИМИДИН-2-СУЛФОНАМИДИ

С-е No.	X	Y	Z	V	A	B	D	J	Темпера-т. на топене °С	Елем. анализ
32.	CH_3	OCH_3	Cl	H	NO_2	CH_3	H	H	216-218	CHN
33.	OCH_3	OCH_3	Cl	H	Cl	Cl	H	H	234-235(d)	CHN
34.	OCH_3	OCH_3	Cl	H	Cl	Cl	CH_3	H	214-215(d)	CHN
35.	OCH_3	OCH_3	Cl	H	F	F	H	H	245-246(d)	CHN
36.	OC_2H_5	F	H	H	CO_2CH_3	CH_3	H	H	190-191(d)	CHN
37.	OC_2H_5	F	H	H	NO_2	CH_3	CH_3	H	219-220(d)	CHN
38.	OC_2H_5	F	H	H	CO_2CH_3	Cl	H	H	222-223(d)	CHN
39.	OC_2H_5	F	H	H	F	Cl	H	H	212-213(d)	CHN
40.	OC_2H_5	F	H	H	CF_3	OCH_3	H	H	212-213(d)	CHN
41.	OCH_3	H	H	H	F	F	H	H	198-199(d)	CHN
42.	OCH_3	H	H	H	Cl	Cl	H	H	206-207(d)	CHN
43.	OCH_3	H	H	H	Cl	Cl	CH_3	H	215-216(d)	CHN
44.	OCH_3	CH_3	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	175-177	CHN
45.	OCH_3	CH_3	H	H	Cl	CH_3	H	H	185-235	CHN
46.	OC_2H_5	CH_3	H	H	Cl	Cl	H	H	234-235	CHN
47.	OC_2H_5	CH_3	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	180-185	CHN
48.	OC_2H_5	CH_3	H	H	F	F	H	H	201-205	CHN
49.	OCH_3	CH_3	Cl	H	Cl	Cl	CH_3	H	210-211	CHN
50.	OCH_3	CH_3	Cl	H	F	F	H	H	205-206	CHN
51.	OCH_3	CH_3	Cl	H	Cl	Cl	H	H	240-241	CHN
52.	OCH_3	CF_3	H	H	Cl	Cl	H	H	221-222	CHN
53.	OCH_3	CF_3	H	H	F	F	H	H	188-189	CHN
54.	OCH_3	CF_3	H	H	Cl	Cl	CH_3	H	233-234	CHN
55.	OCH_3	OCH_3	Cl	H	CO_2CH_3	F	H	H	208-209(d)	CHN
56.	OCH_3	OCH_3	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	166-167(d)	CHN

ТАБЛИЦА 1-продължение

1,2,4-ТРИАЗОЛО[1,5-С]ПИРИМИДИН-2-СУЛФОНАМИДИ

С-е No.	X	Y	Z	V	A	B	D	J	Температ. на топене °С	Елем. анализ
57.	CH_3	OCH_3	H	H	F	F	H	H	208-209	CHN
58.	CH_3	OCH_3	H	H	Cl	Cl	CH_3	H	150-152	CHN
59.	CH_3	OCH_3	H	H	Cl	Cl	H	H	169-171	CHN
60.	CH_3	OCH_3	Cl	H	Br	H	H	H	165-166	CHN
61.	CH_3	OCH_3	Cl	H	CF_3	H	H	H	128-130	CHN
62.	OCH_3	Cl	OCH_3	H	Cl	Cl	H	H	229-230(d)	CHN
63.	OCH_3	Cl	OCH_3	H	Cl	Cl	CH_3	H	211-212	CHN
64.	OCH_3	Cl	OCH_3	H	F	F	H	H	193-194	CHN
65.	OC_2H_5	Cl	H	H	Cl	Cl	H	H	125-126(d)	CHN
66.	OC_2H_5	Cl	H	H	Cl	Cl	CH_3	H	212-213(d)	CHN
67.	OC_2H_5	Cl	H	H	F	F	H	H	219-220(d)	CHN
68.	OC_2H_5	Cl	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	166-167(d)	CHN
69.	OC_2H_5	Cl	H	H	CF_3	H	H	H	56-157(d)	CHN
70.	OC_2H_5	Cl	H	H	F	H	CH_3	H	159-160	CHN
71.	OC_2H_5	Cl	H	H	NO_2	CH_3	CH_3	H	237-238(d)	CHN
72.	OC_2H_5	F	H	H	Cl	Cl	H	H	234-235(d)	CHN
73.	OC_2H_5	F	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	183-184(d)	CHN
74.	OCH_3	Cl	H	H	Cl	Cl	H	H	205-206(d)	CHN
75.	OCH_3	Cl	H	H	Cl	Cl	CH_3	H	225-226(d)	CHN
76.	OCH_3	Cl	H	H	F	F	H	H	179-180(d)	CHN
77.	OCH_3	Cl	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	185-186(d)	CHN
78.	OCH_3	Cl	H	H	CF_3	H	H	H	189-190(d)	CHN
79.	OCH_3	Cl	H	H	F	H	CH_3	H	164-165(d)	CHN
80.	OCH_3	Cl	H	H	NO_2	CH_3	CH_3	H	113-114(d)	CHN
81.	OCH_3	Cl	H	H	CO_2CH_3	CH_3	H	H	148-149(d)	CHN

ТАБЛИЦА 1-продължение

1,2,4-ТРИАЗОЛО[1,5-С]ПИРИМИДИН-2-СУЛФОНАМИДИ

С-е No.	X	Y	Z	V	A	B	D	J	Температ. на топене °С	Елем. анализ
82.	OCH_3	Cl	H	H	Br	Br	H	H	194-195(d)	CHN
83.	OCH_3	Cl	H	H	NO_2	H	H	H	195-196(d)	CHN
84.	OCH_3	Cl	H	H	$CO_2N(CH_3)_2$	F	H	H	165-166(d)	CHN
85.	OCH_3	Cl	H	H	Cl	CH_3	H	H	175-176(d)	CHN
86.	OCH_3	Cl	H	H	Br	H	H	H	172-174(d)	CHN
87.	OCH_3	Cl	H	H	CO_2-i-C_5H_7	F	H	H	147-150(d)	CHN
88.	OCH_3	Cl	H	H	CO_2CH_3	Cl	H	H	217-218(d)	CHN
89.	OCH_3	Cl	H	H	CO_2CH_3	OCH_3	H	H	178-179(d)	CHN
90.	OCH_3	Cl	H	H	CF_3	OCH_3	H	H	177-178(d)	CHN
91.	OCH_3	Cl	H	H	Cl	OCH_3	H	H	162-164	CHN
92.	OCH_3	Cl	H	H	NO_2	CH_3	H	H	205-206(d)	CHN
93.	OCH_3	Cl	H	H	$CO_2C_2H_5$	Cl	H	H	191-192(d)	CHN
94.	OCH_3	Cl	H	H	F	F	CH_3	H	178-179(d)	CHN
95.	OCH_3	Cl	H	H	F	H	H	H	179-180(d)	CHN
96.	OCH_3	F	H	H	Cl	Cl	H	H	201-202(d)	CHN
97.	OCH_3	F	H	H	F	F	H	H	179-180(d)	CHN
98.	OCH_3	F	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	180-182	CHN
99.	OCH_3	H	Cl	H	Cl	Cl	H	H	229-230	CHN
100.	OCH_3	H	Cl	H	Cl	Cl	CH_3	H	203-205	CHN
101.	OCH_3	H	Cl	H	F	F	H	H	216-217	CHN
102.	OCH_3	H	Cl	H	CO_2CH_3	F	H	H	185-187	CHN
103.	OCH_3	H	Cl	H	CF_3	H	H	H	152-156	CHN
104.	OCH_3	H	Cl	H	CO_2CH_3	F	H	CH_3	175-176(d)	CHN
105.	OCH_3	H	F	H	Cl	Cl	CH_3	H	236-237(d)	CHN
106.	OCH_3	H	F	H	CO_2CH_3	F	H	H	147-148(d)	CHN

ТАБЛИЦА 1-продължение

1,2,4-ТРИАЗОЛО[1,5-С]ПИРИМИДИН-2-СУЛФОНАМИДИ

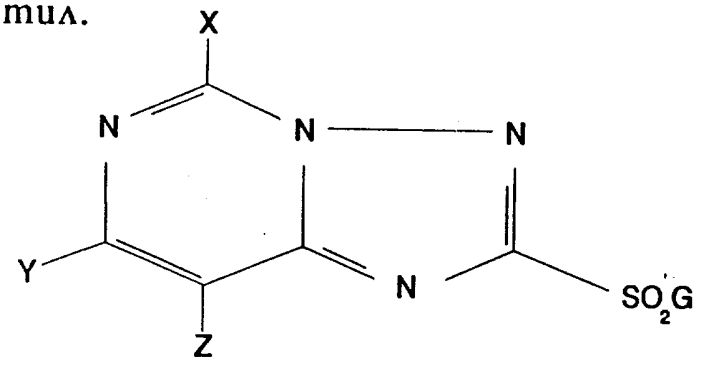
С-е No.	X	Y	Z	V	A	B	D	J	Температ. на топене °С	Елем. анализ
107.	OCH_3	H	F	H	F	F	H	H	220-221(d)	CHN
108.	OCH_3	H	CF_3	H	Cl	Cl	H	H	206-207(d)	CHN
109.	OCH_3	H	Br	H	F	H	CH_3	H	176-178	CHN
110.	OCH_3	H	Br	H	CO_2CH_3	CH_3	H	H	180-181	CHN
111.	OC_2H_5	H	CH_3	H	NO_2	CH_3	H	H	235-239	CHN
112.	OC_2H_5	H	H	H	Cl	Cl	H	H	250-252	CHN
113.	OC_2H_5	H	H	H	Cl	CH_3	H	H	222-226	CHN
114.	OC_2H_5	H	H	H	CO_2CH_3	F	H	H	173-177	CHN
115.	OCH_3	H	OCH_3	H	F	F	CH_3	H	227-229	CHN
116.	OCH_3	H	OCH_3	H	Cl	Cl	H	H	188-192(d)	CHN
117.	OC_2H_5	H	OCH_3	H	F	F	H	H	254-256	CHN
118.	OC_2H_5	H	OCH_3	H	CO_2CH_3	F	H	H	186-188	CHN
119.	OC_2H_5	H	OCH_3	H	F	OCH_3	H	H	195-202	CHN
120.	OC_2H_5	F	H	H	CO_2-i-C_5H_7	Cl	H	H	200-202	CHN

Терминът "селскостопанско приемливи соли" означава съединения, при които киселинният сулфонамиден протон от съединението с формула I е заместен с катион, който сам по себе си няма хербицидно действие към културните растения, нито е вреден за персонала, който го прилага, нито за околната среда или за потребителите на третираната култура. Подходящи катиони са например тези, получени от алкални или алкалоземни метали, и тези получени от амоняк и амини. Предпочитани катиони са натриеви, калиеви, магнезиеви и амониеви катиони с формула

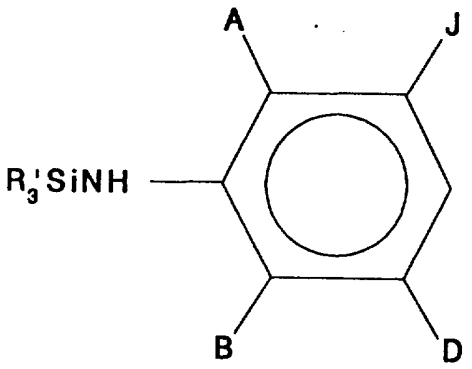
където всеки радикал от R^5, R^6 и R^7 независимо един от друг представлява водород или C_1-C_{12} алкил, C_3-C_{12} циклоалкил или C_3-C_{12} алкенилова група, всяка от които е по избор субституирана с една или повече хидрокси, C_1-C_8 алкокси, C_1-C_8 алкилтио или фенилова групи, при условие, че R^5, R^6 и R^7 са пространствено съвместими. В допълнение всеки два от радикалите R^5, R^6 и R^7 заедно могат да представляват алифатна двуфункционална група, съдържаща 1 до 12 въглеродни атома и до два кислородни или серни атома. Соли на съединенията с формула I могат да бъдат получени чрез третиране на съединения с формула I, където V представлява водород, с метален хидроксид, такъв като натриев хидроксид, калиев хидроксид, магнезиев хидроксид или амин, такъв като амоняк, триметиламин, хидроксиетиламин, бисалиламин, 2-бутоксиетиламин, морфолин, циклододециламин или бензиламин. В случаите на използване на метални хидрооксиси, важно е да не се използва голям излишък от основата, тъй като съединията не са стабилни в силно алкална среда. За предпочитане са количества, близки до стехиометричните.

Съединенията с формула I, където V представлява водород, могат най-общо да бъдат получени чрез смесване на 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфонил халогенид с формула II с подходящо субституиран N-триалкилсилиланилин с формула III в присъствие на амин на пиридиново съединение, терциерен амин или диметил сулфоксиден катализатор. Може да се прилага излишък от амин, за да реагира с халогеноводородната киселина, получена като би-продукт. Методът е аналогичен на този, описан подробно в U.S. No. 4 910 306 за 1,2,4-триазоло[1,5-a]пиримидин-2-сулфонамиди.

Субституентите X, Y и Z от формула II и A, B, J и D от формула III са описани в раздела „Същност на изобретението". Заместителят G от формула II е Cl или Br, а заместителят R' от формула III е по-нисш алкил или бензил, за предпочитане метил.



Формула II



Формула III

Получаването се осъществява обикновено чрез поставяне на 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфониловия халогенид с формула II, N-триалкилсилиланилин с формула III, катализаторът и използваният разтворител в съд и последващо затопляне, за да се осъществи реакцията. След получаването на значително количество от съединението с формула I или след консумирането на значително количество от сулфониловия халогенид с формула II се извършва охлаждане и получената смес контактува с воден реагент, напр. вода или разтвор, съдържащ вода, заедно с други компоненти, такива като разтворители, киселини или основи, които не разлагат съединенията с формула I. Би-продуктите,

аминови халогеноводородни соли, получени при прилагане на аминови основи, като катализатор, понякога се утаяват и могат да бъдат премахнати чрез филтруване преди да се прибави водния реагент. В противен случай, разтворители и други летливи компоненти се премахват най-общо чрез изпаряване при понижено налягане, а би-продуктът солта или халогеноводородната киселина се отделят чрез екстракция с вода. Така получените съединения с формула I могат да бъдат пречистени чрез конвенционални методи, такива като течна хроматография, хартиена хроматография, екстракция с разтворител и кристализация от разтворители.

Най-общо се използват еквимоларни количества от съединенията с формула II и III, но може да се прилагат и тогава, когато едното или другото е в значителен излишък. Често е по-добре да се използва излишък от N-триалкилсилиланилин.

Повечето терциерни аминови основи, такива като триалкиламини, арил диалкиламини и пиридинови основи, като пиридин, пиколини и лутидини се използват като катализатори при реакцията. Пиридинът е за предпочитане. Аминовата основа може да се използва в приблизително еквимоларни количества със съединенията с формула II или в излишък. Понякога се предпочита да се прилага голям излишък. Диметил сулфоксид, обикновено най-предпочитаният катализатор, се използва в количество, по-малко от еквимоларното. Количества над 0.5 моларен еквивалент са вредни. Ако е необходимо, може да се използва разтворител, който не реагира с реагентите и в който реагентите се разтварят. Подходящи разтворители са ацетонитрил, диметилформамид, толуол и други подобни. Често е

предпочитан ацетонитрил. Реакционната смес се затопля при достатъчно висока температура и за достатъчно време, за да се осъществи реакцията. Най-общо се прилагат температури от около 10°C до около 150°C. Температури от около 30°C до около 100°C са за предпочитане. Типична продължителност на реакцията е от около 72 h, но за предпочмитане от около 12 h до около 48 h . Също така, за предпочитане е да се осъществява реакцията при разбъркване и в съд, снабден с приспособления за отделяне на влагата от системата.

Често е удобно да се приготви искания N-триалкилсилиланилин с формула III от подходящ анилин и триалкилсилилов хлорид и да се използва пряко приготвеният продукт директно в процеса. Обикновено се добавя излишък на триалкилсилилов хлорид в суспензия от натриев йодид в ацетонитрил, прибавят се подходящия анилин и триетиламин и след разбъркване в продължение на няколко часа се прибавя етер. Сместа се филтрува и летливите компоненти се отделят чрез изпаряване при понижено налягане, при което се получава утайка от N-триалкилсилиланилин, която може да се използва директно.

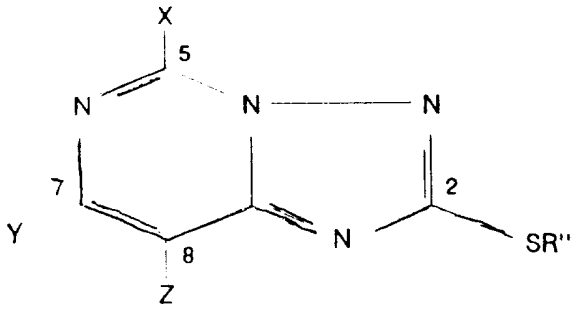
Съединения с формула I могат да бъдат получени по по-директен начин, като се позволява на сулфонилхлоридите с формула II да реагират с подходящо субституирани анилини в инертен разтворител, като ацетонитрил, в присъствието на пиридин или метилпиридин и каталитично количество от диметил сулфоксид. Обикновено реакцията протича добре при температури между около 0°C и 60°C и се провежда лесно при температури на околната среда. На мол сулфонилов халогенид се прилага най-общо еквимоларно количество или до 100% излишък от субституиран анилин и пиридин или метилпиридин

и каталитично количество от около 0.05 до около 0.30 mol от диметил сулфоксид. Полученото съединение с формула I може да бъде възстановено по конвенционални методи.

Съединенията с формула I, където V представлява водород, а X и/или Y представляват SCH_3 или OR могат да бъдат получени от съответното съединение с формула I, където X и/или Y представляват Cl, чрез обработване с подходящ нуклеофилен реагент, такъв като натриев метилат или натриев метантиолат в метанол. Използваните реакционни условия са подобни на тези при свързаните обменни реакции на 2- и 4-хлорпиримидини.
Предпочитани са неводни среди. Лесно се постига селективно заместване на хлора в X позиция, тъй като този хлор е много по-активен от хлора в Y позиция.

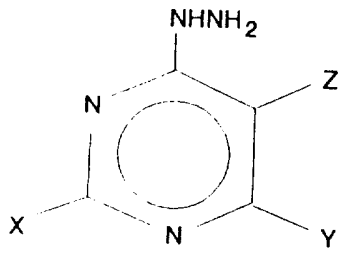
Съединения с формула I, където V представлява $C(O)R^3$, могат да бъдат получени от съединения с формула I, където V представлява водород, чрез ацилиране със съединение с формулата $R^3C(O)Cl$, като се използват конвенционални методи за ацилиране на сулфонамиди.

1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфонил халогенидите с формула II могат да бъдат получени чрез третиране на съединения с формула IV, където R'' представлява водород, бензил или C_2-C_4 алкил, а X, Y и Z са описани в същността на изобретението, освен че X може да не е SCH_3, с хлор във воден разтвор на хлороформ или във воден разтвор на оцетна киселина. Използваните процедури са добре известни и се прилагат при определени съединения с формула II, но с различни заместители, напр. в GB No. 951 652.



Формула IV

Много от 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидиновите съединения с формула IV, които се използват като междинни съединения при получаването на съединения с формула II, са известни от нивото на техниката, както и методите за тяхното получаване. Така например много 4-хидразинопиримидини , по желание субституирани в 2, 5 и 6 позиции е известно да реагират с въглероден дисулфид и с алкален метален хидроокис в алкохолен разтворител до получаването на съединения с формула IV, където R'' представлява водород. Процедурите са дадени в *Australian Journal of Chemistry*, 32, 2713-2726 (1979) и другаде. Често могат да бъдат прилагани триалкиламини вместо алкалния алкоксид. Тази реакция включва необикновено прегрупиране, по позициите на субституентите в полученото съединение с формула IV могат да бъдат предвидени чрез сравняване на заместителите от формула V със заместителя със същото буквено означение от формула IV.

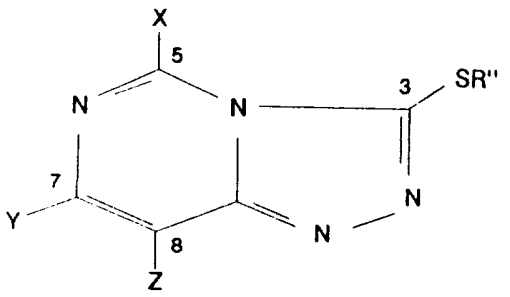


Формула V

Съединения с формула IV, където R" представлява бензил или C_2-C_7 алкил могат да бъдат получени от съответното съединение, където R" представлява водород чрез алкилиране с подходящ алкилиращ агент, такъв като бензилов хлорид, стилов бромид, пропилов метансулфонат и подобни. Реакцията обикновено се провежда при стандартни условия известни от нивото на техниката за алкилиране на меркаптани. Най-общо се прилага основа, такава като алкално метален алкоксид или терциерен амин. Често се предпочита да се провежда алкилирането на съединение с формула IV, където R" представлява водород, което е получено, както е описано по-горе, без регенериране.

Обаче, 4-хидразинопиримидините , имащи метокси заместител във 2 позиция не довеждат до получаване на 5-метокси заместени съединения с формула IV (X представлява метокси) в горния процес; вместо това се получават 5-хидрокси съединения. За да се получат 5-метокси съединения с формула IV, възможно е да се превърнат 5-хидрокси съединенията в 5-хлор съединения чрез третиране с фосфорен оксихлорид и след това, за да се получат желаните 5-метокси съединения, получените 5-хлор съединения се третират с натриев метилат в метанол. Когато се прилага триалкиламин, такъв като триетиламин, като основа в реакцията на съединение с формула IV с въглероден дисулфид и

бензилов хлорид, необикновеното прегрупиране, описано по-горе се осъществява по-бавно и обикновено е възможно да се възстанови непрегрупираното 1,2,4-триазол[4,3-c]пиримидиново съединение с формула VI, като искания продукт.



Формула VI

Често се получават смеси от съединенията с формула IV и VI. Съединения с формула VI могат да бъдат преобразувани до съединения с формула IV чрез третиране с алкално метален алкоксид. Реакцията обикновено се провежда в алкохолен разтворител и сместа обикновено се загрява. Съединения с формула IV и VI могат да бъдат разграничени по техния uv спектър в 200-280 нанометровия диапазон, като съединения с формула IV се характеризират с висока абсорбционна способност под 250 нанометра (виж J. Chem. Soc. 1963, 5642-5659). Също така съединенията с формула VI имат сравнително кратко време на задържане при обратно фазова течна хроматография при високо налягане.

Също така е възможно, а в много случаи за предпочитане да се получат съединения с формула IV, където X представлява OR, а R'' представлява допустима заместваща част различна от водород, като първо се получава съединение с формула IV или с формула VI, където X представлява C_1-C_4

алкилтио, за предпочитане метилтио, от съединение с формула V, където X представлява C_1-C_4 алкилтио и впоследствие алкилтио се замества с OR, а в случай на съединения с формула VI се извършва прегрупиране на хетероцикъла. Желаната реакция може да бъде осъществена чрез третиране на съединението с формула IV или VI, където X представлява C_1-C_4 алкилтио, с алкално метален C_1-C_3 алкоксид в среда, съдържаща съответния алкохол и в присъствието на карбонил или циано субституирано винилово съединение, което може да реагира с C_1-C_4 алкантиоли. Последният споменат реагент, който включва съединения, като диалкилмалеати, метил винил кетон, метил и стил акрилат и акрилонитрил присъства, за да взаимодейства с алкантиола, получен като страничен продукт и да го отстрани от разтвора.

Прилагат се условия, благоприятстващи желаната реакция. Изходното съединение с формула IV и карбонил или циано субституираното винилово съединение се използват обикновено в еквимоларни количества. От друга страна, алкалното металният алкоксид се прилага най-общо в каталитични количества, вариращи от около 5 до около 30 молни процента от изходното съединение с формула IV или VI. Реакцията се провежда най-добре при температури от около 0°C до температурата на кипене на алкохолния разтворител и завършва след около 10 мин. до около 4 часа. Желаният продукт с формула IV, където X представлява OR може да бъде възстановен чрез неутрализиране на катализатора с киселина, такава като оцетна киселина и отделяне на разтворителя и летливите компоненти чрез изпаряване или чрез прибавяне на вода и след това събиране на

неразтворимите компоненти. По-нататъшно пречистване може да се постигне чрез конвенционални средства, такива като разтваряне в метилен хлорид или друг водонесмесваем разтворител, екстракция с вода и отделяне на разтворителя чрез изпаряване. Крайните продукти са твърди и често са способни да рекристализират от разтворители, такива като хексан и етанол.

Съединенията с формула IV, където R'' представлява бензил или C_2-C_4 алкил, X представлява OR (R е дефинирано по-горе), а Y и Z независимо един от друг представляват OR, H, CH_3, CF_3, Cl, Br или F са нови, удобни междинни съединения.

За специалистите в областта са очевидни и други методи за получаване на съединенията с формули I, II и IV.

N-триалкилсилиланилините с формула III са известни от нивото на техниката или могат да бъдат получени по методи, дадени в U.S No. 4 910 306 от анилини известни от нивото на техниката, включително от U.S. No. 4 886 883.

Субституираните 6- (или 4-)хидразинопиримидини, използвани като изходни материали или подходящи методи за тяхното получаване и необходимите изходни материали за тези методи, са известни от нивото на техниката. Най-общо хидразинопиримидините се получават като се оставя субституиран 6- (или 4-)халопиримидин да взаимодейства с излишък от хидразин или с приблизително еквимоларно количество хидразин и основа, такава като калиев карбонат или натриев бикарбонат. Реакционният метод е аналогичен със свързаната реакция за въкарване на амино-група, която е много добре известна. Голяма част от нивото на техниката е обобщена в монографията *The Pyrimidines* от D.J.Brown, от

серията *The Chemistry of Heterocyclic Compounds*, редактирана от Weissberger и Taylor.

Възможно е да се използват 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамидните съединения с формула I директно като хербициди, но е за предпочитане да се използват в смеси, съдържащи хербицидно ефективно количество от съединението, заедно с най-малко една селскостопанско приемлива добавка или носител. Подходящите добавки или носители не трябва да са фитотоксични към ценни култури в прилаганите концентрации за селективен контрол на плевелите в присъствието на културни растения и не трябва да реагират с съединенията с формула I или другите компоненти на състава. Такива смеси са предназначени за приложение директно спрямо плевелите или тяхното местонахождение или могат да са във вид на концентрати или формулировки, които да се разреждат с носители или добавки преди прилагане. Те могат да бъдат твърди, такива като прахове, гранули, водно диспергирани гранули или омокряеми прахове или течности, такива като емулсионни концентрати, разтвори, емулсии или суспензии.

Подходящи селскостопански добавки и носители, използвани при получаването на хербицидните смеси съгласно изобретението, са добре известни на специалистите в областта.

Течни носители, които могат да бъдат използвани, са вода, толуол, ксилол, нафта, растително масло, ацетон, метил етил кетон, циклохексанон, трихлоретилен, перхлоретилен, етилов ацетат, амилов ацетат, бутилов ацетат, пропилен гликол монометилов етер и диетилен

гликол монометилов етер, метанол, етанол, изопропанол, амилов алкохол, етилен гликол, пропилен гликол, глицерин и други подобни. Обикновено се избира вода като носител за разреждане на концентратите.

Подходящи твърди носители са талк, пирофилитова глина, силициев двуокис, атапулгитова глина, кизелгур, креда, диатомейна пръст, варовик, калциев карбонат, бентонитова глина, Фулерова пръст, памучни семенни обвивки, пшенично брашно, соево брашно, пемза, дървесно брашно, брашно от орехови черупки, лигнин и подобни.

Често е желателно да се съвместят едно или повече повърхностно активни вещества в съставите съгласно изобретението. Такива повърхностно активни вещества се използват най-вече при твърди и течни състави, особено такива предвидени за разреждане с носител преди употреба. Повърхностно активните вещества могат да бъдат анионни, катионни или нейонни по характер и могат да бъдат прилагани като емулсионни агенти, омокрящи агенти, суспендиращи агенти или за други цели. Типични повърхностно активни вещества са соли на алкил сулфати, такива като диетаноламониев лаурил сулфат; алкиларилсулфонатови соли, такива като калциев додецилбензолсулфонат; алкилфенолалкилен оксидни продукти, такива като нонилфенол-C_{18} етоксилат; алкохол-алкилен оксидни допълнителни продукти, такива като тридецил алкохол-C_{16} етоксилат; сапуни, като натриев стеарат; алкилнафталенсулфонатови соли, като натриев дибутилнафтален сулфонат; диалкилови естери на сулфосукцинатови соли, такива като натриев ди(2-етилхексил)сулфосукцинат; сорбитолови естери, като

сорбитолов олеат; кватернерни амини, като лаурил, триметиламониев хлорид; полиетилен гликолови естери на мастни киселини, такива като полиетилен гликолов стеарат; блокови кополимери на етиленов окис и пропиленов окис; и соли на моно и диалкил фосфатни естери.

Други добавки, обикновено използвани в селскостопански състави, са антипенители, съвместяващи агенти, свързващи агенти, неутрализиращи агенти и буфери, корозионни инхибитори, оцветители, обезмирисители, пенетрационни средства, разпръскващи агенти, прилепващи агенти, диспергиращи агенти, сгъстители, депресанти на точката на замръзване, антимикробни агенти и други подобни. Съставите също могат да включват други съвместими компоненти, например други хербициди, растежни регулатори, фунгициди, инсектициди и други и могат да бъдат заедно с течни торове, твърди носители за торове, такива като амониев нитрат, карбамид и други.

Концентрацията на активните компоненти в хербицидните състави от това изобретение е най-общо от около 0.001 до около 98% тегловни. Често се употребяват концентрации от около 0.01 до около 90% тегловни. В състави, предназначени за концентрати, активният компонент е най-общо от около 5 до около 98% тегловни, за предпочитане от около 10 до около 90% тегловни.

Преди употреба такива състави се разреждат най-често с инертен носител, такъв като вода. Разредените състави, обикновено прилагани спрямо плевелите или тяхното местонахождение, най-общо съдържат около 0.001 до около 5% тегловни активен компонент, за предпочитане около 0.01 до около 0.5%.

Настоящите състави могат да бъдат прилагани спрямо плевелите или към тяхното местонахождение посредством конвенционални земни или въздушни пръскачки и пулверизатори, чрез прибавянето им към водата за напояване и чрез други конвенционални средства, известни на специалистите в областта.

Установено е, че съединенията с формула I са полезни хербициди преди или след поникване. Някои от съединенията се използват за селективен контрол на широколистни растения и на острица в тревни култури, такива като царевица, пшеница, ечемик и ориз и по-специално за селективен контрол на широколистни плевели при пшеницата и царевицата. Други могат да се използват за контрол на широколистни плевели при соята. Примери за контролирани широколистни плевели са различни видове бодил, грамофонче, репей, джимсонов плевел, кадифено листо, огниче, куче грозде. Често са контролирани и някои тревни плевели, такива като кисела трева и жълта лисича опашка. Специалистите от областта ще оценят това, че не всички съединения контролират всички плевели или са селективни към всички култури.

Терминът хербицид, използван тук, означава активен компонент, който контролира или подтиска растежа на растенията. Хербицидно ефективно или контролиращо вегетацията количество е такова количество от активния компонент, което предизвиква подтискащ ефект и включва отклонения от естественото развитие, унищожаване, регулиране, изсушаване забавяне на растежа и други подобни. Терминът растения и вегетация включват зараждащи се семена, появяващи се разсади и установена растителност.

Хербицидна активност се проявява от съединенията съгласно настоящето изобретение, когато те се прилагат директно спрямо растението или неговото местонахождение при който и да е етап от неговото развитие или преди поникване. Полученият ефект зависи от вида на контролираното растение, етапа на неговото развитие, параметрите на разреждане и големината на капката при пръскане, големината на частиците на твърдите компоненти, условията на околната среда по време на използване, използваното съединение, използваните добавки и носители, вида на почвата и други подобни, а така също от количеството на приложения химикал. Тези и други фактори могат да бъдат променяни, както е известно от нивото на техниката, за да се постигне селективно хербицидно действие. Обикновено се предпочита да се прилагат съединенията с формула I след поникване спрямо относително млади растения, за да се постигне максимален контрол на широколистни плевели. Също така се предпочита прилагането на съединенията при такива условия, че широколистните плевели да се контролират в присъствието на пшенични култури.

След поникване обикновено се прилагат дози от около 0.001 до около 10кг./хектар; преди поникване обикновено се прилагат дози от около 0.01 до около 10 кг./хектар.

ПРИМЕРИ

Следващите примери са дадени, за да илюстрират различните аспекти на това изобретение и не трябва да се считат за ограничаващи обхвата на претенциите.

Установено е, че протонният атомен магнитен резонанс и инфрачервеният спектър на всяко от получените съединения съответстват на тяхната структура. Прилага се течна хроматография при високо налягане (HPLC), като се използва хроматограф на Waters Associates Inc. снабден с μ Bondapac C-18 колона и се елюира със смес от вода и ацетонитрил в съотношение 60:40, съдържаща 0.5% оцетна киселина. Компонентите се наблюдават с uv детектор при 254 нм. Осъществява се газова хроматография (GLC) с хроматограф Hewlett Packard 5830-A, снабден с детектор на топлинна проводимост и стъклена колона, напълнена с 5% DC-410 върху сито GasChromQ 60x80. Точките на топене се определят с капилярен апарат за определяне точката на топене Thomas-Hoover.

ПРИМЕР 1.

Получаване на 4,5-дихлор-6-метокси-2-метилпиримидин

Разтвор, съдържащ 38гр. (0.17 мола) 2-метил-4,5,6-трихлорпиримидин в 200 мл. метанол, се охлажда в ледена баня до 10-15°C и се прибавя бавно, при разбъркване, натриев метоксид, под формата на 25%-ен разтвор в метанол, до момента, в който изходният пиримидин вече не се открива чрез GLC анализ. Прибавя се вода и получената смес се екстрахира с метилен хлорид. След премахване на разтворителя и другите летливи компоненти от екстракта чрез изпаряване при понижено налягане се получава заглавното съединение под формата на бял прах с т.т. 77-78°C.

ПРИМЕР 2.

Получаване на 4,6-дифлуор-2-метилтиопиримидин

Суспензия от 21.9гр. (0.377 мола) калиев флуорид в 200мл. N-метилпиролидон се приготвят в реакционна колба, за да се отдели всякаква влага. Когато температурата достигне 200°C, сместа се охлажда до около 85°C и се прибавят при разбъркване 24.5 гр. (0.126 мола) 4,6-дихлор-2-метилтиопиримидин. Сместа се загрява при разбъркване до около 144°C при понижено налягане от около 150 ммHg., като бавно се отделя разтворителя и заглавното съединение чрез дестилация. Това продължава, докато в колбата остане много малко течност. Дестилатът и утайката се смесват и разреждат с етер и получената смес се екстрахира с вода няколко пъти. Полученият етерен разтвор се изсушава върху магнезиев сулфат и се концентрира при понижено налягане до получаване на утайка. Останалото се дестилира и фракцията, която кипи при около 127°C и налягане 150ммHg, се събира, за да се получи 16.1 гр. от заглавното съединение, като бели кристали с т.т. 31-32°C.

ПРИМЕР 3.

Получаване на 4,6-дибром-2-метилтиопиримидин

Смес от 20гр. (0.126 мола) 4,6-дихидрокси-2-метилтиопиримидин, 150гр. (0.523 мола) фосфорен оксибромид и 600мл. ацетонитрил се приготвя при загряване на обратен хладник и разбъркване за 3 часа. Твърдите частици първоначално започват да се разтварят, но след това започват да се образуват отново повече твърди частици. Летливите частици се премахват чрез изпаряване при понижено налягане и утайката се разрежда с метилен хлорид и след това внимателно с вода. Водният слой се отделя, а органичният слой

се екстрахира с вода няколко пъти, изсушава се на магнезиев сулфат и се концентрира при понижено налягане. Утайката се разтваря в хексан и полученият разтвор се изсушава над магнезиев сулфат и се концентрира при намалено налягане, за да се получат 26.8 гр. от заглавното съединение, като бял прах с т.т. 82-84°С.

ПРИМЕР 4.

Получаване на 5-хлор-4-метокси-2-метил-6-хидразинопиримидин

Смесват се 4,5-дихлор-6-метокси-2-метилпиримидин (21 гр, 0.11 мола), 25мл. хидразин хидрат и 25 мл. вода и се загряват на обратен хладник за 25 мин. След това сместа се охлажда и екстрахира с метилен хлорид. Екстрактът се промива с вода, изсушава над магнезиев сулфат и се концентрира при намалено налягане. Твърдата утайка се екстрахира с хексан и изсушава, за да се получат 12.8 гр. (62% теоретични) от заглавното съединение, като прахообразно бяло твърдо вещество с т.т. 158-159°С.

По подобен начин, променяйки реакционната температура, се получават следните съединения:

4-бром-2-метилтио-6-хидразинопиримидин, като бял прах, т.т. 153-154°С;

4-метил-2-метилтио-6-хидразинопиримидин, като бял прах, т.т. 136-137°С;

5-хлор-2-метилтио-4-хидразинопиримидин, като бял прах, т.т. 154-155°С; и

2-метилтио-4-хидразинопиримидин, червеникавокафяв прах, т.т. 138-139°С.

ПРИМЕР 5.

Получаване на 4-флуор-2-метилтио-6-хидразинопиримидин

Разтвор от 15.8 гр. (0.097 мола) 4,6-ди-флуор-2-метилтиопиримидин в 50 мл. етанол се прибавят бавно, с разбъркване, към разтвор от 11.6 мл. (12.0гр., 0.214 мола) на хидразин монохидрат в 100мл. етанол, като температурата се поддържа под 0°C чрез външно охлаждане. Сместа се оставя да реагира през следващите 30 мин. и летливите вещества се отделят чрез изпаряване при понижено налягане. Утайката се разрежда с етилов ацетат и полученият разтвор се екстрахира с вода, изсушава се над магнезиев сулфат и се концентрира под понижено налягане, за да се получат 16.0 гр. от заглавното съединение, като бял прах с т.т. 153-154°C.

Елементен анализ за $C_5H_7FN_4S$:

Изчислено: %C, 34.5; %H, 4.05; %N, 32.2.

Намерено: %C, 34.5; %H, 3.94; %N, 32.2.

ПРИМЕР 6.

Получаване на 4-хлор-2-метилтио-5-метокси-6-хидразинопиримидин

Приготвя се смес от 48.1 гр. (0.21 мола) 4,6-ди-хлор-2-метилтио-5-метоксипиримидин, 29.5гр. (0.21 мола) калиев карбонат, 80 мл. хидразин монохидрат и 80мл. вода и се загрява на обратен хладник при разбъркване за около 30 мин, след което се прилага течна хроматография при високо налягане (HPLC) и реакцията изглежда завършена. Сместа се изстудява и се екстрахира с метилен хлорид. Екстрактът се изсушава над магнезиев сулфат и се концентрира при понижено налягане. Утайката се смесва с хексан и твърдите частици се отделят чрез филтрация и изсушаване, за да се получат 34.7

гр. от заглавното съединение, като червенокафяво твърдо вещество с т.т. 118-119°С.

ПРИМЕР 7.

Получаване на 2-бензилтио-8-хлор-7-метокси-5-метил-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин

Смесват се 5-хлор-4-метокси-2-метил-6-хидразинопиримидин (11.3гр, 0.060 мола), 13.7 гр. (0.18 мола) въглероден дисулфид, 15.6 гр. (0.072 мола) натриев метоксид, като 25%-ен разтвор в метанол и 250 мл. метанол, разбъркват се при температурата на околната среда за около 1 час, след това се загрява на обратен хладник за 2 часа, след което реакцията изглежда завършена според HPLC анализ. Прибавя се бензилов хлорид (9.1 гр., 0.072 мола) при продължително загряване на обратен хладник и разбъркване. Твърдото вещество се отделя незабавно. Прибавят се допълнително малки количества натриев метоксид и бензилов хлорид, докато според HPLC анализът приключи бензилирането. Сместа се изстудява и се прибавя 10мл. оцетна киселина. Получената смес се дестилира до около 1 литър с вода и се екстахира с метилен хлорид. Екстрактът се промива с вода, изсушава се над магнезиев сулфат и се концентрира при понижено налягане. Утайката след изпаряването се стрива с хексан, филтрира се и се изсушава. Тя се рекристализира от метанол, за да се получат 16.3 гр. (85% теоретични) от заглавното съединение, като бял прах с т.т. 115-116°С.

Елементен анализ за $C_{14}H_{13}ClN_4OS$:

Изчислено : %С, 52.4; %Н, 4.08; %N, 17.47.

Намерено : %С, 52.3; %Н, 4.04; %N, 17.14.

ПРИМЕР 8,

Получаване на 3-бензилтио-7-флуор-5-метилтио-1,2,4-триазол[4,3-c]пиримидин

При разбъркване се смесват 4-флуор-2-метилтио-6-хидразинопиримидин (15.0 гр, 0.086 мола), 15.5 мл. (19.7 гр., 0.25 мола) въглероден дисулфид, 48 мл. (34.8гр., 0.344 мола) триетиламин и 400мл. етанол и след 15 мин се загрява на обратен хладник при разбъркване за 2.5 часа. Получената смес се изстудява до температурата на околната среда, прибавя се, при разбъркване, 16.4 гр. (0.129 мола) бензилов хлорид и се оставя да реагира за 3 часа. Летливите вещества се отделят чрез изпаряване при намалено налягане и утайката се разтваря в метилен хлорид. Полученият разтвор се екстрахира с вода, изсушава се на магнезиев сулфат и се концентрира при намалено налягане. Утайката се стрива с хексан, филтрува се, за да се получат 20.9гр. от заглавното съединение, като жълто-оранжев прах с т.т. 74-77°С. Присъства и малко количество 2-бензилтио-7-флуор-5-метилтио-1,2,4-триазол[1,5-c]пирими-дин. Спектрите nmr и uv съответстват на определената структура и на присъствието на примесите.

По подобен начин се получават следващите съединения, чиито nmr и uv спектри съответстват на определените структури:

3-бензилтио-7-хлор-5-метилтио-1,2,4-триазол[4,3-c]пирими-дин, бледожълт прах с т.т 131-132°С;

3-бензилтио-7-метил-5-метилтио-1,2,4-триазол[4,3-c]пирими-дин, бледожълт прах с т.т 138-139°С;

3-бензилтио-7-бром-5-метилтио-1,2,4-триазол[4,3-c]пирими-дин, червенокафяв прах с т.т. 125-127°С;

3-бензилтио-5-метилтио-1,2,4-триазол[4,3-с]пиримидин, бял прах с т.т 108-109°С; и

3-бензилтио-8-хлор-5-метилтио-1,2,4-триазол[4,3-с]пиримидин, вискозно червено масло съдържащо значително количество 1,5-с изомер, който е с т.т. 103-106°С (независимо изолиран).

ПРИМЕР 9.

Получаване на 2-бензилтио-7-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин

25%-ен разтвор на натриев метоксид в метанол (1.9 мл., 0.0085 мола) се прибавят към 19.9 гр. (0.065 мола) разтвор на 3-бензилтио-7-флуор-5-метилтио-1,2,4-триазол[4,3-с]пиримидин, съдържащ малко количество 2-бензилтио-7-флуор-5-метилтио-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин и 11.2 гр. (0.065 мола) диетилов малеат в 250 мл. етанол при температура на околната среда и при разбъркване и се оставят да реагират за около 1 час. След това се прибавя оцетна киселина (4мл.) и летливите вещества се отделят чрез изпаряване при понижено налягане. Утайката се разтваря в метилен хлорид и полученият разтвор се екстрахира с вода, изсушава се на магнезиев сулфат и се концентрира чрез изпаряване при понижено налягане. Утайката се стрива с хексан, филтрува се и се изсушава, за да се получат 10.7 гр. от заглавното съединение като бял прах с т.т. 121-122°С. Спектрите nmr и uv съответстват на определената структура.

По подобен начин се получават следващите съединения, чиито nmr и uv спектри съответстват на определените структури:

2-бензилтио-7-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т 121-122°С имащ съответен CHN анализ;

2-бензилтио-7-хлор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т 85-86°С;

2-бензилтио-7-метил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 93-94°С;

2-бензилтио-7-метил-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 77-78°С;

2-бензилтио-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, светъл червенокафяв прах с т.т. 96-97°С;

2-бензилтио-8-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бледожълт прах с т.т. 109-110°С (получава се от друг изомер);

2-бензилтио-7-хлор-5,8-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, светъл червенокафяв прах с т.т. 94-95°С;

2-бензилтио-5,8-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 118-119°С;

2-бензилтио-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 64-66°С;

2-бензилтио-8-метил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 82-84°С;

2-бензилтио-8-метил-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах;

2-бензилтио-7-етил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 76-77°С;

2-бензилтио-8-хлор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 112-115°С;

2-бензилтио-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 113-115°С;

2-бензилтио-7-бром-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, червенокафяв прах с т.т. 125-126°С;

2-бензилтио-8-бром-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, червенокафяв прах с т.т. 120-124°С;

2-бензилтио-5-метокси-7-(трифлуорметил)1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бледожълт прах с т.т. 113-114°С;

2-бензилтио-5-метокси-8-(трифлуорметил)1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, червенокафяв прах с т.т. 107-108°С;

2-бензилтио-5-етокси-8-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 82-84°С;

2-бензилтио-7,8-дихлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, жълт прах с т.т. 116-118°С;

2-бензилтио-7,8-дихлор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, жълт прах с т.т. 118-120°С;

2-бензилтио-8-бром-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, червенокафяв прах с т.т. 124-125°С; и

2-бензилтио-8-хлор-7-метил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 97-98°С;

ПРИМЕР 10.

Получаване на 5-хлор-7-метокси-2-бензилтио-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин

При разбъркване се смесват 2,4-диметокси-6-хидразинопиримидин (48.4 гр., 0.28 мола), 121.6 гр. (1.6 мола) въглероден дисулфид, 145.2 гр. (1.44 мола) триетиламин и 2 л. етанол и след 30 мин. се загряват на обратен хладник за 2 часа. Прибавя се бензилов хлорид (40.4 гр., 0.32 мола) и продължава нагряването на обратен хладник за още 1 час. Сместа се концентрира при понижено налягане и утайката се смесва с 800 мл. ацетонитрил и 250 мл. фосфорен оксихлорид.

Сместа се загрява на обратен хладник при разбъркване за 3 часа. След това тя се концентрира при намалено налягане и утайката се изсипва към смес от лед и метилен хлорид. Органичната фаза се отделя, филтрува се през силикагел и концентрира при намалено налягане. Утайката се екстрахира с горещ хексан и след това хексанът се отделя чрез изпаряване. Фракцията се пречиства чрез HPLC, за да се получат около 5 гр. от заглавното съединение. Неразтвореният хексан се разтваря в горещ въглероден тетрахлорид. След филтруване и изпаряване на въглеродния тетрахлорид се получава масло, което се втвърдява след прибавяне на малко количество ацетон. Полученото се смесва с преди това изолирания продукт и отново се екстрахира с горещ хексан. Утайката се изсушава, за да се получат 31.2 гр. (36% теоретични) от заглавното съединение, като бледожълт прах с чистота от около 95%. Пречистена проба чрез HPLC има т.т. 140-141°C.

Елементен анализ за $C_{13}H_{11}ClN_4OS$:

Изчислено : %C, 50.89; %H, 3.61; %N, 18.26.

Получено : %C, 50.00; %H, 3.62; %N, 18.44.

По подобен начин се получава съединението 8-бром-5-хлор-7-метокси-2-бензилтио-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин, което има задоволителен елементен анализ и т.т. 124-125°C.

ПРИМЕР 11.

Получаване на 8-хлор-2-хлорсулфонил-7-метокси-5-метил-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин

Смесват се 2-бензилтио-8-хлор-7-метокси-5-метил-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин (2.0 гр., 0.0060 мола), 50 мл. хлороформ и 50 мл. вода и сместа се охлажда в ледена баня.

Хлор (4.4 гр, 0.060 мола) се прибавя бавно, при разбъркване, като се поддържа температура под около 10°С. Сместа се разбърква още 30 мин. и след това водният слой се отделя, а органичният слой се изсушава с натриев сулфат и се концентрира при намалено налягане. Утайката се стрива с хексан, за да се получи твърд продукт, който се филтрира и изсушава, за да се получат 1.6гр. (90% теоретични) от заглавното съединение като бял прах с т.т. 100-101°С.

По подобен начин се получават следващите съединения, чиито nmr спектър съответства на определените структури:

8-хлор-2-хлорсулфонил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 122-124°С;

2-хлорсулфонил-7-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 106-107°С;

7-хлор-2-хлорсулфонил-5,8-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бледожълт прах с т.т. 132-133°С;

2-хлорсулфонил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 128-129°С;

7-хлор-2-хлорсулфонил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бледожълт прах с т.т. 136-137°С;

7-хлор-2-хлорсулфонил-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 99-101°С;

2-хлорсулфонил-5-метокси-7-метил-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 139-141°С;

2-хлорсулфонил-5-етокси-7-метил-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 104-106°С;

2-хлорсулфонил-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах ;

2-хлорсулфонил-5-метокси-8-метил-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бледожълт прах с т.т. 124-126°С;

2-хлорсулфонил-5-етокси-8-метил-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах;

2-хлорсулфонил-5-метокси-7-етил-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 101-103°С;

8-хлор-2-хлорсулфонил-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 103-105°С;

2-хлорсулфонил-5-етокси-7-флуор-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 80-81°С;

2-хлорсулфонил-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 78-80°С;

7-бром-2-хлорсулфонил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, оранжев прах с т.т. 148-150°С;

8-бром-2-хлорсулфонил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, светложълт прах с т.т. 130-132°С;

2-хлорсулфонил-5-метокси-7-(трифлуорметил)-1,2,4-триазол [1,5-с]пиримидин, червенокафяв прах с т.т. 89-90°С;

2-хлорсулфонил-5-метокси-8-(трифлуорметил)-1,2,4-триазол [1,5-с]пиримидин, жълт прах с т.т. 110-112°С;

2-хлорсулфонил-5-етокси-8-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах ;

2-хлорсулфонил-7,8-дихлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, жълт прах с т.т. 91-93°С;

2-хлорсулфонил-7,8-дихлор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, жълт прах с т.т. 89-92°С;

2-хлорсулфонил-8-бром-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 164-166°С; и

2-хлорсулфонил-8-хлор-5-метокси-7-метил-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин, бял прах с т.т. 110-111°С;

ПРИМЕР 12.

Получаване на 5-хлор-7-метокси-2-хлорсулфонил-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин

Смесват се 5-хлор-7-метокси-2-бензилтио-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин (10.0 гр., 0.033 мола), 200мл. хлороформ и 200мл. вода и се охлаждат с ледена баня. Хлор (10.2 гр., 0.143 мола) се прибавя бавно, при разбъркване, така че температурата остава под около 3°C и разбъркването продължава за около 30 мин. Органичната фаза се отделя, изсушава с магнезиев сулфат и концентрира при намалено налягане, за да се получат 9.1 гр. (97% теоретични) от заглавното съединение, като жълто полутвърдо вещество. Малка порция се пречиства чрез стриване с етер, за да се получи бял прах с т.т. 79-80°C.

По същия начин се получава следното съединение:
8-бром-5-хлор-7-метокси-2-хлорсулфонил-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин, т.т. 164-166°C.

ПРИМЕР 13.

Получаване на N-(2,6-дихлорфенил)-8-хлор-7-метокси-5-метил-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид

Безводен натриев йодид (11.7 гр., 0.078 мола) се поставя в 50 мл. сух ацетонитрил и се прибавят, при разбъркване 8.5 гр. (0.078 мола) триметилсилилов хлорид. Към това се прибавят 6.3гр. (0.039 мола) 2,6-дихлоранилин и 7.9 гр. (0.078 мола) триетиламин. Сместа се разбърква при температура на околната среда за 30 мин. и след това внимателно се отделят летливите вещества чрез изпаряване при намалено налягане и утайката се разрежда с етер и се филтрира. В този разтвор изглежда, че се съдържа N-триметилсилил-2,6-дихлоранилин с чистота около 97% според GLC анализ. Утаяването на

неразтворимите частици с етер се повтаря и етерът се отделя чрез изпаряване при намалено налягане. Утайката се смесва с 50мл. сух ацетонитрил, 3.9гр. (0.013 мола) 8-хлор-2-хлорсулфонил-7-метокси-5-метил-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин и 0.2 мл. (0.003 мола) диметилсулфоксид и сместа се разбърква цяла нощ. Получената смес се концентрира при понижено налягане и твърдата утайка се смесва с хексан и вода и се филтрира. След това утайката се разтваря в 400мл. метилен хлорид и полученият разтвор се екстрахира двукратно с вода, изсушава с натриев сулфат и филтрира. Полученото се концентрира при намалено налягане и утайката се смесва с хексан, филтрира се и се изсушава, за да се получат 3.3гр. (60% теоретични) от заглавното съединение, като нестабилен бледожълт прах с т.т. 255-256°С.

Елементен анализ за $C_{17}H_{10}Cl_3N_5O_3S$:

Изчислено : %С, 36.94; %Н, 2.38; %N, 16.57.

Получено : %С, 36.98; %Н, 2.41; %N, 16.30.

Следващите съединения, както и другите съединения, чиито свойства са дадени в табл. I, се получават по същия начин и имат задоволителни елементни анализи и имат nmr спектър, съответстващ на определените структури :

N-(2,6-дихлорфенил)-5-хлор-7-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид, бял прах;

N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-5-хлор-7-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид, т.т. 204-205°С;

N-(2,6-дихлорфенил)-8-бром-5-хлор-7-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид, прах;

N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-8-бром-5-хлор-7-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид,червенокафяв прах; и

N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-8-хлор-7-метокси-5-метил-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид, т.т. 231-232°C;

ПРИМЕР 14.

Получаване на N-(2,6-дихлорфенил)-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид

N-(2,6-дихлорфенил)-5-хлор-7-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид (0.8гр., 0.002 мола) се смесват с 25мл. метанол и се прибавят при разбъркване 1.34 мл. 25%ен разтвор на натриев метоксид в метанол (0.006 мола). След 10 мин. се прибавят 2 мл. оцетна киселина и сместа се концентрира при намалено налягане. Утайката се разтваря в метилен хлорид и разтворът се екстрахира с вода, изсушава се с натриев сулфат и концентрира при намалено налягане. Утайката се смесва с въглероден тетрахлорид, филтрира се и се изсушава, за да се получат 0.5 гр. от заглавното съединение, като бял прах с т.т. 211-212°C.

Елементен анализ за $C_{13}H_{11}Cl_2N_5O_4S$:

Изчислено : %C, 38.62; %H, 2.74; %N, 17.33.

Получено : %C, 38.09; %H, 2.82; %N, 17.18.

Следващите съединения се получават по подобен начин и имат задоволителни елементни анализи и nmr спектър:

N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид, т.т. 212-213°C;

N-(2,6-дихлорфенил)-8-бром-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид, т.т. 212-213°C (dec); и

N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-8-бром-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид, т.т. 228-229°C(dec);

ПРИМЕР 15.

Получаване на N-(2,6-дихлорфенил-8-бром-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид

2,6-дихлоранилин (1.76гр., 10.9 ммола), 2-хлорсулфонил-8-бром-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин (1.5 гр., 4.6 ммола) и 30 мл. сух ацетонитрил се поставят в 100 мл.-ова колба, снабдена с приспособление за подаване на газ и магнитна бъркалка. Прибавят се пиридин (0.74 мл., 9.2 ммола) и диметилсулфоксид (0.08 мл., 1.2 ммола) при разбъркване с азот и сместа се оставя да реагира за 1.25 часа. След това летливите вещества се отделят чрез изпаряване при намалено налягане и утайката се разтваря в 100 мл. метилен хлорид. Полученият разтвор се екстрахира 3 пъти с 75 мл. 1N солна киселина и един път със 100 мл. вода, изсушава се с магнезиев сулфат, филтрира се и се концентрира чрез изпаряване при намалено налягане, за да се получи жълто твърдо вещество. Това твърдо вещество се разрежда със 100 мл. хексан и след едночасово престояване хексанът се отделя чрез филтриране, а твърдото вещество се промива с още хексан и се изсушава, за да се получи 1.1 гр. (52% теоретични) от заглавното съединение, като жълто твърдо вещество с т.т. 192-196°C.

Елементен анализ за $C_{12}H_8BrCl_2N_5O_3S$:

Изчислено : %C, 31.8; %H, 1.78; %N, 15.5.

Получено : %C, 31.7; %H, 1.74; %N, 15.4.

ПРИМЕР 16.

Оценка на хербицидната активност след поникване

Представителни съединения с формула I се оценяват за контрол на множество видове растения след поникване. При тези оценявания тестваните растения се оставят да

израстат до височина около 4 инча (101,6 мм) и след това се напръскват с водни разтвори, съдържащи известни концентрации от съединенията, като се използват конвенционални средства за напръскване. Съставите за напръскване се приготвят чрез смесване на необходимото количество активен компонент и емулгатор или диспергиращо средство във воден разтвор на ацетон, като носител, за да се образува емулсия или суспензия. Контролни растения се напръскват по същия начин с подобни състави, несъдържащи активния компонент. След това растенията се отглеждат в оранжерия при условия, благоприятстващи растежа на растенията. Две седмици след третирането се проследява израстването на растенията и се оценява по скала от 0 до 100, където 0 означава, че няма ефект, а 100 означава пълно унищожаване. В този тест 100 ppm представляват около 0.25 кг./хектар. Тестваните съединения и видове растения, прилаганите дози и получените от този тест резултати са дадени в табл. 2.

ТАБЛИЦА 2.

Активност след поникване, контрол в проценти

С-ние No.	Доза ppm	Кафе-плевел	Репей	Джим-сонов плевел	Грамо-фонче	Огни-че	Кади-фено листо	Царе-вица	Ориз	Пше-ница	Соя	Жълта острица
1	7.8	95	100	100	10	90	70	60	90	70	100	90
2	31	100	100	60	75	90	80	0	0	0	90	0
3	250	100	85	80	80	100	80	70	50	20	60	80
4	250	100	80	80	75	100	70	0	0	0	50	0
7	3.9	100	80	88	90	70	87	83	80	40	90	100
9	7.8	-	100	90	100	80	95	0	50	0	90	85

ТАБЛИЦА 2-продължение

Активност след поникване, контрол в проценти

С-ние No.	Доза ppm	Кафе-плевел	Репей	Джим-сонов плевел	Грамо-фонче	Огни-че	Кади-фено листо	Царе-вица	Ориз	Пше-ница	Соя	Жълта острица
12	63	80	100	90	80	75	93	0	0	0	75	50
13	15.6	100	100	100	100	90	85	70	10	80	90	90
19	63	100	100	90	90	85	100	85	85	100	88	88
20	15.6	50	90	95	90	40	90	80	20	20	40	50
21	15.6	85	97	85	99	45	99	83	30	0	83	99
23	2.0	75	100	93	99	80	80	0	93	-	85	90
25	3.9	83	100	97	100	50	97	0	0	-	10	90
26	7.8	85	88	88	85	100	90	85	15	40	90	50
28	15.6	100	100	95	100	80	90	90	90	65	90	100
30	500	100	100	70	90	85	95	0	0	0	85	85
31	1000	85	80	60	70	75	75	0	-	0	10	30
32	500	100	80	90	75	0	50	50	-	-	-	-
37	15.6	90	83	50	88	50	90	30	15	0	65	75
38	15.6	40	100	90	88	100	100	90	70	10	0	100
39	15.6	90	70	90	97	97	99	40	35	10	25	93
40	3.9	100	100	90	100	85	100	90	70	60	85	80
41	7.8	95	90	90	100	89	90	20	75	0	90	100
42	31	95	90	90	90	90	98	80	85	50	90	95
43	16	95	95	75	90	50	85	0	0	0	90	78
44	1.9	100	90	88	89	25	85	20	45	70	90	-
45	125	70	100	90	90	100	90	90	85	100	90	95
46	7.8	95	100	100	75	30	75	100	50	75	75	85
47	3.9	90	100	100	90	85	70	70	100	75	93	-
48	63	90	100	100	100	100	95	90	100	95	90	-

ТАБЛИЦА 2-продължение

Активност след поникване, контрол в проценти

С-ние No.	Доза ppm	Кафе-плевел	Репей	Джим-соонов плевел	Грамо-фонче	Огни-че	Кади-фено листо	Царе-вица	Ориз	Пше-ница	Соя	Жълта острица
49	16	100	100	60	80	90	70	0	40	0	80	0
50	250	100	100	90	85	100	85	80	40	40	70	85
51	125	95	100	85	80	100	85	90	60	20	80	80
52	250	100	100	100	90	100	100	90	40	70	70	70
53	125	100	90	100	90	100	80	60	20	50	70	50
54	125	95	100	90	80	90	80	50	30	50	80	0
55	31	90	90	85	85	75	80	20	70	40	90	-
56	16	88	90	88	100	75	65	35	80	50	90	-
57	500	70	40	70	30	30	70	0	0	0	35	0
58	250	98	100	30	70	0	70	0	0	0	80	0
59	500	95	100	80	70	0	75	0	0	0	25	70
62	16	95	95	95	90	20	80	25	0	0	0	0
63	500	95	100	95	90	95	90	0	0	15	80	20
64	125	90	85	95	80	80	85	0	50	0	70	20
65	7.8	88	88	95	100	85	90	55	50	75	88	70
66	16	85	88	75	100	75	90	10	0	20	86	0
67	31	90	100	88	100	90	95	65	35	20	88	70
68	7.8	85	100	98	100	85	90	0	50	20	88	60
69	3.9	88	90	45	90	45	85	0	0	0	70	0
70	16	88	88	85	90	55	88	0	0	0	85	40
71	7.8	88	100	60	90	85	85	0	10	0	88	0
72	1.0	75	100	100	100	0	90	75	35	0	10	65
73	15.6	93	90	99	80	95	99	55	80	40	15	100
74	1.0	88	90	75	85	30	70	30	0	40	40	40

ТАБЛИЦА 2-продължение

Активност след поникване, контрол в проценти

С-ние No.	Доза ppm	Кафе-плевел	Репей	Джим-соонов плевел	Грамо-фонче	Огни-че	Кади-фено листо	Царе-вица	Ориз	Пше-ница	Соя	Жълта острица
75	7.8	90	95	80	100	75	70	0	0	0	65	0
76	16	100	90	85	100	90	80	65	75	45	90	88
77	7.8	85	100	90	100	90	90	5	70	35	75	-
78	63	70	100	80	80	85	80	0	40	10	70	85
79	16	80	80	80	0	80	80	0	20	50	50	75
80	63	90	90	80	90	80	80	0	0	0	75	70
81	7.8	90	85	90	80	95	80	0	80	90	60	60
82	16	100	100	100	80	100	90	70	40	60	70	80
83	3.9	100	90	65	75	65	70	0	0	0	60	65
84	500	50	70	60	50	70	30	40	25	40	80	20
85	7.8	75	100	80	85	75	80	30	0	30	50	70
86	31	90	100	85	85	15	45	25	20	0	75	80
87	16	80	90	80	80	75	80	0	20	0	35	75
88	125	100	90	90	80	100	100	50	85	60	80	85
89	250	100	100	80	80	95	100	75	45	70	70	85
90	31	90	90	80	90	85	85	60	40	40	75	85
91	3.9	88	90	70	90	80	90	70	75	85	85	90
92	16	88	95	70	100	70	90	0	15	30	88	70
93	63	88	85	98	100	80	98	0	90	85	88	100
94	16	80	100	80	50	85	88	75	20	40	88	50
95	31	90	95	88	100	0	70	28	40	0	88	90
96	3.9	80	100	85	85	70	80	40	40	15	20	85
97	2.0	80	90	70	85	70	80	20	60	10	35	70
98	7.8	75	85	90	90	80	88	40	70	40	0	95

ТАБЛИЦА 2-продължение

Активност след поникване, контрол в проценти

С-ние No.	Доза ppm	Кафе-плевел	Репей	Джим-сонов плевел	Грамо-фонче	Огни-че	Кади-фено листо	Царе-вица	Ориз	Пше-ница	Соя	Жълта острица
99	31	75	90	95	100	99	100	75	95	60	90	-
100	16	95	100	70	90	50	85	0	0	0	90	70
101	3.9	100	90	100	85	65	90	0	60	0	90	100
102	125	90	95	90	100	100	95	100	90	98	90	100
103	63	90	95	75	90	85	90	45	95	100	90	95
105	15.6	100	90	70	95	70	95	0	0	0	90	75
106	7.8	100	80	95	100	99	97	99	60	50	70	99
107	15.6	100	100	95	100	90	98	20	75	0	90	90

ПРИМЕР 17.

Оценка на хербицидната активност преди поникване

Представителни съединения с формула I се оценяват за контрол на множество видове растения преди поникване. При тези оценявания семена се посаждат в саксии със селскостопанска почва и веднага след това почвената повърхност се напоява с определени количества от тествания химикал, като водна емулсия или суспензия и се оставят да попият. Водните емулсии или суспензии се приготвят чрез смесване на необходимото количество активен компонент във воден разтвор на ацетон, като носител, съдържащ 0.1% тегловен повърхностно-активно вещество. Контролни саксии се напояват с подобна смес, несъдържаща активния компонент. Саксиите се отглеждат в оранжерия при условия, благоприятстващи поникването и растежа. Около две

седмици след третирането тестът се извършва по скала от 0 до 100, където 0 означава, че няма ефект, а 100 означава пълно унищожаване. Тестваните съединения и видове растения, прилаганите дози и получените от този тест резултати са дадени в табл. 3.

ТАБЛИЦА 3.

Активност преди поникване, контрол в проценти

Съединение No.	Доза Кг/Хектар	Куче грозде	Грамофонче	Огниче	Кадифено листо
1	11	100	90	95	100
2	11	100	100	0	0
29	11	65	90	100	0
30	11	90	90	100	100
31	11	90	80	90	80
32	11	60	80	100	100
41	11	100	100	100	100
42	11	100	100	100	100
44	0.14	80	85	95	85
46	0.28	-	90	97	65
48	0.14	85	80	95	85
49	0.56	-	90	99	80
51	0.28	-	95	100	90
53	0.07	-	10	100	90
56	0.14	100	80	80	70
59	11	70	90	20	80
62	0.14	-	80	99	80
64	11	100	98	100	100
66	0.14	65	80	75	90

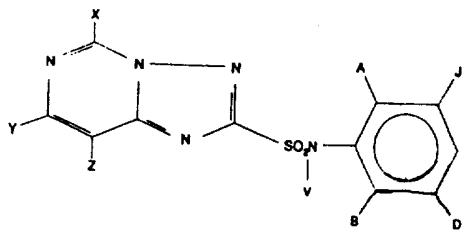
ТАБЛИЦА 3-продължение

Активност преди поникване, контрол в проценти

Съединение No.	Доза Кг/Хектар	Куче грозде	Грамофонче	Огниче	Кадифено листо
67	0.14	85	80	95	85
68	0.14	85	80	85	80
70	0.28	50	90	75	50
74	0.07	-	100	95	100
75	0.14	-	85	90	85
76	0.14	-	90	99	95
77	0.14	85	80	95	85
78	0.07	-	95	99	95
80	0.56	-	80	70	90
81	0.14	-	100	100	80
82	0.07	-	97	90	99
84	11	90	90	95	75
88	11	90	100	100	98
89	0.28	-	90	99	85
90	11	98	100	100	100
91	0.02	85	70	85	95
93	0.28	90	75	90	70
94	0.14	90	75	75	85
96	0.14	85	80	95	85
97	0.14	100	75	100	85
98	0.07	80	80	80	85
99	0.14	95	85	100	85
101	0.14	80	80	100	95
102	11	100	95	100	95

Патентни претенции

1. 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид с формула I



в която X представлява OCH_3 или OC_2H_5; Y и Z, всеки един поотделно, представлява OCH_3, OC_2H_5, H, CH_3,Cl, Br или F; A представлява F, Cl, Br, C(0)E, C_1-C_4 халоалкил, NO_2, CN, SOR^3 или SO_2R^3; B представлява H, R, F, Cl, Br, CN, OR^3, SR^3, NR^1R^2, фенил, феноксu или фенилтио, като всеки фенил, феноксu и фенилтио притежава по избор 1 до 3 заместителя, избрани от групата, състояща се от F, Cl, Br, CN, CF_3, NO_2 и CH_3; D и J, всеки от тях, представлява H или CH_3 при условие, че най-малко един от D и J представлява H; V представлява H или C(0)R^3; R - C_1-C_3алкил; R^1 и R^2, всеки от тях поотделно, представлява H или C_1-C_4 алкил; R^3 - C_1-C_4алкил или C_1-C_4халоалкил; E - OR^1 или NR^1R^2, и когато V представлява H, за съответната селскостопанско приемлива сол.

2. Съединение съгласно претенция 1, в която V представлява водород или неговата съответна селскостопанско приемлива сол.

3. Съединение съгласно претенция 2, в която Y и Z, всеки един поотделно, представлява H, OCH_3, Cl, Br или F.

4. Съединение съгласно претенция 2, в която един от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, F или Br, а другият - H.

5. Съединение съгласно претенция 2, в която A представлява F, Cl, Br, C(0)E, CF_3 или NO_2.

6. Съединение съгласно претенция 2, в която B представлява H, CH_3, F, Cl, Br, OCH_3 или SCH_3.

7. Съединение съгласно претенция 2, в която J представлява H, а D представлява H или CH_3.

8. Съединение съгласно претенция 2, в която един от Y и Z представлява

CH_3, OCH_3, Cl, Br или F, а другият - H, A представлява F, Cl, Br, C(0)E, CF_3 или NO_2, B - H, CH_3, F, Cl, Br, OCH_3 или SCH_3, J - H, и D - H или CH_3.

9. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

10. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2-метоксикарбонил-6-флуорфенил)-7-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

12. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2-метоксикарбонил-6-хлорфенил)-7-флуор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

12. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2-хлор-6-флуорфенил)-5-етокси-7-флуор-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

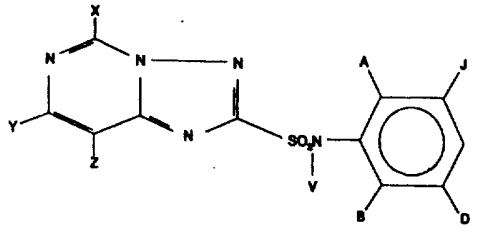
13. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2,6-дихлорфенил)-7-флуор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

14. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2,6-дифлуорфенил)-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

15. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2,6-дифлуорфенил)-8-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

16. Съединение съгласно претенция 8, представляващо N-(2-метоксикарбонил-6-флуорфенил)-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид.

17. Хербициден състав, характеризиращ се с това, че се състои от селскостопанско приемлива добавка или носител и хербицидно ефективно количество от 1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид с формула I



в която X представлява OCH_3 или OC_2H_5, Y и Z, всеки един поотделно, представлява OCH_3, OC_2H_5, H, CH_3, Cl, Br или F, A - F, Cl, Br, C(0)E, C_1-C_4 халоалкил, NO_2, CN, SOR^3 или SO_2R^3; B - H, R, F, Cl, Br, CN, OR^3, SR^3, NR^1R^2, фенил, фенокси или фенилтио, като всеки фенил, фенокси и фенилтио притежава

по избор 1 до 3 заместителя, избрани от групата, състояща се от F, Cl, Br, CN, CF_3, NO_2 и CH_3, D и J, всеки от тях, представлява H или CH_3 при условие, че най-малко един от D и J представлява H, V - H или $C(0)R^3$, R - C_1-C_3алкил, R^1 и R^2, всеки от тях поотделно, представлява H или C_1-C_4алкил, R^3 - C_1-C_4алкил или C_1-C_4халоалкил, E - OR^1 или NR^1R^2 и когато V е H, както и неговата съответна селскостопанско приемлива сол.

18. Състав съгласно претенция 17, характеризиращ се с това, че V представлява H или съответната селскостопанска приемлива сол.

19. Състав съгласно претенция 18, характеризиращ се с това, че Y и Z, всеки един поотделно, представлява H, OCH_3, Cl, Br или F.

20. Състав съгласно претенция 18, характеризиращ се с това, че един от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, F или Br, а другият представлява H.

21. Състав съгласно претенция 18, характеризиращ се с това, че A представлява F, Cl, Br, C(0)E, CF_3 или NO_2.

22. Състав съгласно претенция 18, характеризиращ се с това, че B представлява H, CH_3, F, Cl, Br, OCH_3 или SCH_3.

23. Състав съгласно претенция 18, характеризиращ се с това, че J представлява H, а D представлява H или CH_3.

24. Състав съгласно претенция 18, характеризиращ се с това, че един от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, Br или F, а другият - H, A представлява F, Cl, Br, C(0)E, CF_3 или No_2; B представлява H, CH_3, F, Cl, Br, OCH_3 или SCH_3, J - H, и D е H или CH_3.

25. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

26. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2-метоксикарбонил-6-флуорфенил)-7-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c] пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

27. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението

е N-(2-метоксикарбонил-6-хлорфенил)-7-флуор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с] пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

28. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2-хлор-6-флуорфенил)-5-етокси-7-флуор-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

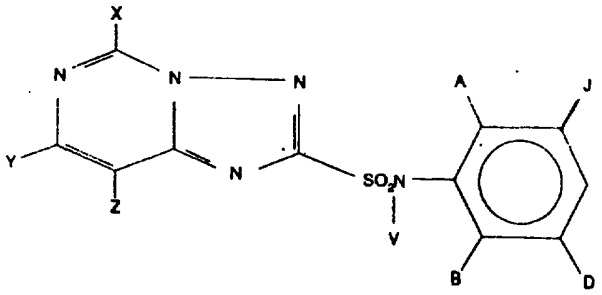
29. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дихлорфенил)-7-флуор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

30. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дифлуорфенил)-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

31. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дифлуорфенил)-8-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

32. Състав съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2-метоксикарбонил-6-флуорфенил)-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

33. Метод за контрол на нежелана растителност, характеризиращ се в прилагане спрямо растителността или спрямо нейното местонахождение на хербицидно ефективно количество от 1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид с формула I



в която X представлява OCH_3 или OC_2H_5, Y и Z, всеки един поотделно, представлява OCH_3, OC_2H_5, H, CH_3, Cl, Br или F, A представлява F, Cl, Br, C(0)E, C_1-C_4халоалкил, NO_2, CN, SOR^3 или SO_2R^3; B - H, R, F, Cl, Br, CN, OR^3,

SR^3, NR^1R^2, фенил, фенокси или фенилтио, като всеки фенил, фенокси и фенилтио притежава по избор 1 до 3 заместителя, избрани от групата, състояща се от F, Cl, Br, CN, CF_3, NO_2 и CH_3; D и J, всеки от тях, представлява H или CH_3 при условие, че най-малко един от D или J представлява H; V е H или $C(0)R^3$; R - C_1-C_3 алкил; R^1 и R^2, всеки от тях поотделно, представлява H или C_1-C_4алкил; R^3 е C_1-C_4 алкил или C_1-C_4халоалкил; E - OR^1 или NR^1R^2, и когато V представлява H или неговата съответна селскостопанско приемлива сол.

34. Метод съгласно претенция 33, характеризиращ се с това, че V представлява водород или неговата съответна селскостопанскq приемлива сол.

35. Метод съгласно претенция 34, характеризиращ се с това, че Y и Z всеки един поотделно представлява H, OCH_3, Cl, Br или F.

36. Метод съгласно претенция 34, характеризиращ се с това, че един от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, F или Br, а другият - H.

37. Метод съгласно претенция 34, характеризиращ се с това, че A представлява F, Cl, Br, $C(0)E$, CF_3 или NO_2.

38. Метод съгласно претенция 34, характеризиращ се с това, че B представлява H, CH_3, F, Cl, Br, OCH_3 или SCH_3.

39. Метод съгласно претенция 34, характеризиращ се с това, че J представлява H, а D - H или CH_3.

40. Метод съгласно претенция 34, характеризиращ се с това, че един от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, Br или F, а другият - H, A представлява F, Cl, Br, $C(0)E$, CF_3 или NO_2, B - H, CH_3, F, Cl, Br, OCH_3 или SCH_3; J - H, и D - H или CH_3.

41. Метод съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дихлор-3-метилфенил)-5,7-диметокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

42. Метод съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2-метоксикарбонил-6-флуорфенил)-7-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

43. Метод съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението

е N-(2-метоксикарбонил-6-хлорфенил)-7-флуор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

44. Метод съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2-хлор-6-флуорфенил)-5-етокси-7-флуор-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

45. Метод съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дихлорфенил)-7-флуор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

46. Метод съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дифлуорфенил)-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

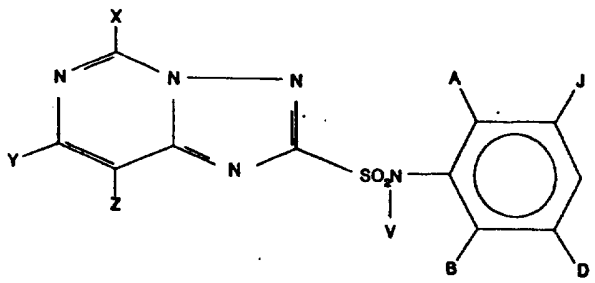
47. Метод съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2,6-дифлуорфенил)-8-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

48. Състав съгласно претенция 40, характеризиращ се с това, че съединението е N-(2-метоксикарбонил-6-флуорфенил)-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид или неговата селскостопанско приемлива сол.

49. Метод съгласно претенция 33, характеризиращ се с това, че съединението се прилага преди поникване.

50. Метод съгласно претенция 33, характеризиращ се с това, че съединението се прилага след поникване.

51. Метод за контрол на нежелана растителност при културите, характеризиращ се с това, че се състои в прилагане спрямо растителността или нейното местонахождение на селективно и хербицидно ефективно количество от селективно ефективния 1,2,4-триазол[1,5-с]пиримидин-2-сулфонамид с формула



в която X представлява OCH_3 или OC_2H_5; Y и Z, всеки един поотделно, представлява OCH_3, OC_2H_5, H, CH_3, Cl, Br или F; A представлява F, Cl, Br, C(0)E, C_1-C_4халоалкил, NO_2, CN, SOR^3 или SO_2R^3; B - H, R, F, Cl, Br, CN, OR^3, SR^3, NR^1R^2, фенил, феноксн или фенилтио, като всеки фенил, феноксн и фенилтио притежава по избор 1 до 3 заместителя, избрани от групата, състояща се от F, Cl, Br, CN, CF_3, NO_2 и CH_3; D и J, всеки от тях, представлява H или CH_3 при условие, че най-малко един от D и J представлява H; V е H или $C(0)R^3$; R - C_1-C_3алкил; R^1 и R^2, всеки от тях поотделно, представлява H или C_1-C_4алкил; R^3 - C_1-C_4алкил или C_1-C_4халоалкил; E - OR^1 или NR^1R^2 и когато V е H или неговата съответна селскостопанско приемлива сол.

52. Метод съгласно претенция 51, характеризиращ се с това, че V представлява водород или неговата съответна селскостопанско приемлива сол.

53. Метод съгласно претенция 52, характеризиращ се с това, че един от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, Br или F, а другият - H; A представлява F, Cl, Br, C(0)E, CF_3 или NO_2, B - H, CH_3, F, Cl, Br, OCH_3 или SCH_3; J - H, и D - H или CH_3.

54. Метод съгласно претенция 52, характеризиращ се с това, че културното растение е пшеница.

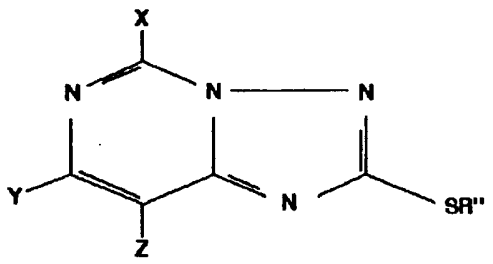
55. Метод съгласно претенция 52, характеризиращ се с това, че културното растение е царевица.

56. Метод съгласно претенция 52, характеризиращ се с това, че културното растение е ориз.

57. Метод съгласно претенция 52, характеризиращ се с това, че културното растение е соя.

58. Метод съгласно претенция 51, характеризиращ се с това, че съединението се прилага след поникване.

59. Съединение с формула



в която X представлява OCH_3, OC_2H_5 или Cl; Y и Z, всеки поотделно, представлява OCH_3, OC_2H_5, H, CH_3, Cl, Br или F; и R'' е бензил или C_2-C_4алкил.

60. Съединение съгласно претенция 59, в която Y и Z, всеки независимо един от друг, представлява H, OCH_3, Cl, Br или F.

61. Съединение съгласно претенция 59, в която единият от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, F или Br, а другият - H.

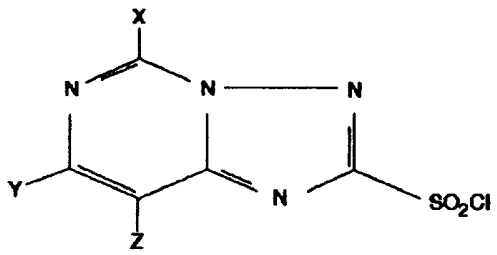
62. Съединение съгласно претенция 61, представляващо 2-бензилтио-7-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

63. Съединение съгласно претенция 61, представляващо 2-бензилтио-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

64. Съединение съгласно претенция 61, представляващо 2-бензилтио-7-флуор-5-етокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

65. Съединение съгласно претенция 61, представляващо 2-бензилтио-8-хлор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

66. Сулфонил хлоридно съединение с формула



в която X представлява OCH_3, OC_2H_5 или Cl; Y и Z, всеки поотделно, представлява OCH_3, OC_2H_5, H, CH_3, Cl, Br или F.

67. Съединение съгласно претенция 66, в която Y и Z, всеки независимо един от друг, представлява H, OCH_3, Cl, Br или F.

68. Съединение съгласно претенция 66, в която единият от Y и Z представлява CH_3, OCH_3, Cl, F или Br, а другият - H.

69. Съединение съгласно претенция 68, представляващо 5-хлор-2-хлорсулфонил-7-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

70. Съединение съгласно претенция 68, представляващо 7-хлор-2-хлорсулфонил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

71. Съединение съгласно претенция 68, представляващо 2-хлорсулфонил-8-флуор-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

72. Съединение съгласно претенция 68, представляващо 2-хлорсулфонил-5-етокси-7-флуор-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

73. Съединение съгласно претенция 68, представляващо 8-хлор-2-хлорсулфонил-5-метокси-1,2,4-триазол[1,5-c]пиримидин.

Издание на Патентното ведомство на Република България
1113 София, бул. "Д-р Г. М. Димитров" 52-Б

Експерт: Д. Кацарова Редактор: А. Семерджиева

Пор. 37909 Тираж: 40 ЮМ