РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ

(19) BG (11) 61491 B2

6(51) C 07 D 251/52
C 07 D 401/12
A 01 N 43/70
A 01 N 47/36

ОПИСАНИЕ КЪМ ПАТЕНТ
ЗА
ИЗОБРЕТЕНИЕ

ПАТЕНТНО ВЕДОМСТВО

(21) Регистров № 96142
(22) Заявено на 26.03.92
(24) Начало на действие на патента от: 26.03.92

Приоритетни данни

(31) (32) (33)

(41) Публикувана заявка в бюлетин № на
(45) Отпечатано на 09.12.97
(46) Публикувано в бюлетин № 9 на 30.09.97
(56) Информационни източници:
US 4744816; EP 0164269
US 4618363; EP 0142152
US 3060084; US 3235361;
US 3309192; US 2891855

(62) Разделена заявка от рег. №

(73) Патентопритежател(и):
E.I. Du Pont De Nemours and Co.
Wilmington, DE (US)

(72) Изобретател(и):
Markus P. Moon, Wilmington, DE (US)

(74) Представител по индустриална собственост:
Аспарух Михайлов Антонов
1797 София, жк "Младост"
бл. 91, вх. 5, ап. 78

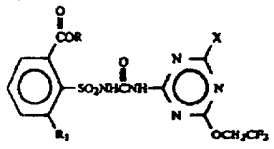
(86) № и дата на PCT заявка:

(87) № и дата на PCT публикация:

Издава се съгласно §4 от Преходните и заключителните разпоредби на Закона за патентите на основание издаден патент на: US № 5090993 от 25.02.92

(54) ФЛУОРОАЛКОКСИАМИНО ТРИАЗИНИ ЗА КОНТРОЛ ВЪРХУ ПЛЕВЕЛИТЕ ПРИ ЗАХАРНОТО ЦВЕКЛО

(57) Химическо съединение с формула



в която R означава C_1-C_4 алкил, $CH_2CH{=}CH_2$, $CH_2C{\equiv}CH$, циклопропилметил или $CH_2CH_2R_2$, R_1 е C_1-C_2 алкил, C_1-C_2 халогеналкил, CH_2CN, CH_2OCH_3, C_1-C_3 алкокси, C_1-C_3 алкилтио, фенилтио или R_3R_4, R_2 е C_1-C_2 алкокси, C_1-C_2 алкилтио, CN или халоген, R_3 и R_4 са независимо един от друг H или CH_3, X е $NHCH_3$, $N(CH_3)_2$ или $N(CH_3)OCH$, като се взима под внимание, че когато R_1 е OCH_2CH_3 или CH_2OCH_3, R е различно от CH_3, както и неговите соли, приложими при агрокултурата.

7 претенции

BG 61491 B2

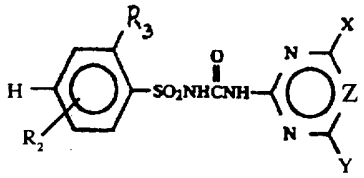
(54) ФЛУОРОАЛКОКСИАМИНО ТРИАЗИНИ ЗА КОНТРОЛ ВЪРХУ ПЛЕВЕЛИТЕ ПРИ ЗАХАРНОТО ЦВЕКЛО

ОБЛАСТ НА ТЕХНИКАТА

Изобретението се отнася до химическо съединение, подходящо за употреба в състави и методи за защита на растенията и по-специално до метод за борба с нежелателна растителност.

ПРЕДШЕСТВАЩО НИВО НА ТЕХНИКАТА

От (1) и (2) са известни хербицидни сулфонилкарбамиди с обща формула



в която

R_1 означава заедно с всички други значения CO_2R_{10} и т. н.,

R_2 е H, F, Cl, Br, CF_3, CH_3, C_2H_5, OCH_3, OC_2H_5, SCH_3 или SC_2H_5;

R_{10} е C_1-C_4 алкил, $CH_2CH_2OCH_3$, CH_2CH_2Cl, $CH_2CH{=}CH_2$ или $CH_2C{\equiv}CH$;

R_{14} е H, или C_1-C_2 алкил;

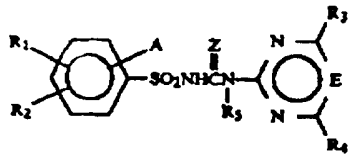
R_{15} е C_1-C_2 алкил, OCH_3, OC_2H_5, или CH_2CN;

X е $NR_{14}R_{15}$;

Y е OCH_2CH_2F, OCH_2CHF_2 или OCH_2CF_3; и

Z е CH или N.

В [3] са разкрити хербицидни сулфонилкарбамиди с обща формула



в която

A означава C_1-C_6 халогеналкил,

Z е O или S;

E е CH или N;

R_1 е освен всичко друго H, COR_6 и т.н.;

R_2 е освен всичко друго H и т.н.;

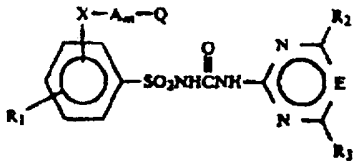
R_3 и R_4 независимо един от друг са H, халоген, C_1-C_4 алкил, C_2-C_4 халоалкокси, $NR_{12}R_{13}$ и т. н.;

R_6 е освен всичко друго C_1-C_4 алкокси, C_1-C_4 халоалкокси, C_2-C_6 алкоксиалкокси и т. н.; и

R_{12} и R_{13} неависимо един от друг са H или C_1-C_4 алкил.

В [1], [2] и [3] са разкрити общо някои от съединенията съгласно изобретението, но в тях няма данни за тези съединения или за от тях при насаждения със захарно цвекло.

В [4] са разкрити хербицидни сулфонилкарбамиди с обща формула



в която

R означава H, халоген, NO_2, C_1-C_4 халоалкил, C_1-C_4 алкил, C_1-C_4 алкокси, C_2-C_5 алкенил или C_1-C_4 алкоксикарбонил;

X е O, S, -SO- или SO_2;

m е 0 или 1;

Q е освен всичко друго R_{13} и т. н.;

R_{13} е фенил или фенил, заместен от халоген, NO_2, CN, C_1-C_4 алкил, C_1-C_4 алкокси, C_1-C_4 алкилтио, C_2-C_5 алкенил, C_1-C_4 халоалкил, C_1-C_4 алкоксикарбонил, $-NR_{45}R_{46}$, $-SO_3H$ или $-SO_2R_{47}R_{48}$;

R_2 е C_1-C_3 алкил или C_1-C_3 алкокси, всеки от които, незаместен от 1 до 3 халогенни атома;

R_3 е освен всичко друго $-NR_4R_5$ и т. н.;

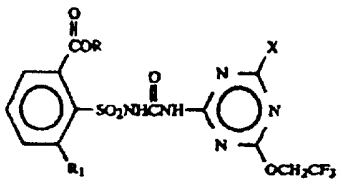
E е N или CH.

В [4] са разкрити общо някои от съединенията съгласно изобретението, но в него няма данни за съединенията или за ползата от тях при насаждения със захарно цвекло.

ТЕХНИЧЕСКА СЪЩНОСТ НА ИЗОБРЕТЕНИЕТО

Изобретението представлява нови химически съединения, както и смеси, които ги съдържат и които са подходящи за почвообработка като хербициди преди поникването и/или след поникването, или като регулатори на растежа.

Химическите съединения съгласно изобретението имат обща формула I



I

в която

R означава C_1-C_4 алкил, $CH_2CH=CH_2$, $CH_2C\equiv CH$, циклопропилметил или $CH_2CH_2R_2$

R_1 е C_1-C_2 алкил, C_1-C_2 халогеналкил, CH_2CN, CH_2OCH_3, C_1-C_3 алкокси, C_1-C_3 алкилтио, фенилтио или R_3R_4;

R_2 е C_1-C_2 алкокси, C_1-C_2 алкилтио, CN или халоген;

R_3 и R_4 са независимо едно от друго H или CH_3

X е $NHCH_3$, $N(CH_3)_2$ или $N(CH_3)OCH$, като се вземе под внимание, че когато R_1 е OCH_2CH_3 или CH_2OCH_3, R е различно от CH_3.

В горните определения терминът "алкил" включва права верига или алкил с разклонена верига, т.е. метил, етил, еднонормален пропил, изопропил или различни изомери на бутила.

Алкоксилът означава метоксил и етоксил.

Алкилтио включва метилтио и етилтио.

Терминът "халоген" , независимо дали е като самостоятелна дума или съчетана дума като "халогеналкил", означава флуор, хлор, бром или йод. По-нататък, когато е употребено сложно съчетание, като "халогеналкил", споменатият алкил може да бъде частично или напълно заместен от халогенни атоми, които могат да са същите или други.

Примери за халогеналкил са CF_3, CH_2CH_2F, CF_2CF_3, и CH_2CHFC_1.

Общият брой на въглеродните атоми в заместващата група е означен с представката C_i-C_j, където i и j са числа от 1 до 4.

Например C_1-C_4 алкил трябва да означава метил, етил и различните изомери на пропила и бутила; C_1-C_2 алкилтио трябва да означава метилтио и етилтио и C_1-C_2 алкокси - метоксил и етоксил.

Следващите съединения са за предпочитане поради по-високата им хербицидна активност и по-голямата сигурност за предпазване на насажденията със захарно цвекло и/или забавянето на синтеза:

1. Съединения съгласно формула I, в която:

R означава C_1-C_4 алкил;

R_1 е C_1-C_2 алкил;

X е $NHCH_3$ или $N(CH_3)_2$,

2. Съединения съгласно формула I, в която:

R означава C_1-C_4 алкил;

R_1 - халогеналкил C_1-C_2;

X - $NHCH_3$ или $N(CH_3)_2$,

3. Съединения съгласно формула I, в която:

R означава C_1-C_3 алкил;

X - $NHCH_3$

4. Съединения съгласно формула I, в която

R означава C_1-C_3 алкил;

X - $N(CH_3)_2$.

Особено предпочитани са следните съединения поради най-високата им хербицидна активност, най-голямата сигурност за предпазване на насажденията със захарно цвекло и/или най-подходящото забавяне на синтеза:

Етил-2[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]-карбонил]амино]сулфонил]-3-метилбензоат с точка на топене 134 - 142°C и

Метил-2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил]амино]сулфонил]-3-метилбензоат с точка на топене 150 - 160°C.

ОПИСАНИЕ НА ИЗОБРЕТЕНЕТО

Синтез

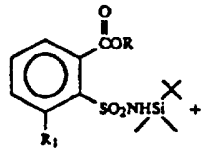
По-нататък е представена обща схема на получаването на съединенията съгласно изобретението. Всички процеси на синтезиране, както са описани, са многостъпални, като на всяко стъпало са проучени един или повече методи.

Това дава възможност за голямо разнообразие от възможни методи за синтез на приготвянето на специфичното съединение съгласно формула I.

Съединенията с формула I могат да бъдат получени чрез методите, посочени в реакция 1 и 2.

Както е показано в реакция 1 много от съединенията по формула I могат да бъдат получени при взаимодействието на силилсулфонамид от формула II с хетероциклен карбамат от формула III.

Реакция 1:

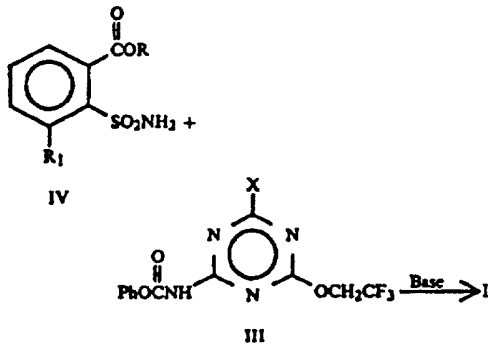


II

Реакцията протича при температура от 0 до 50°C в разтворител като ацетонитрил, диоксан или тетрахидрофуран в присиствието на източник на флуоридни йони като цезиев флуорид или тетрабутиламониев флуорид в продължение на 0,1 до 2 h.

Алтернативно, някои от сулфонамидите по формула IV могат да бъдат приготвени и подложени на въздействието на хетероциклени карбамати по формула III, за да се получат съединенията съгласно формула I, както е показано в реакция 2.

Реакция 2:

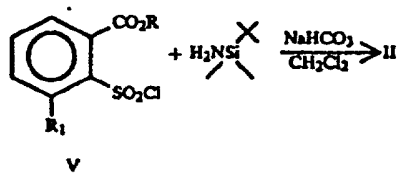


IV III

Реакцията протича при температура от 0 до 50°C в разтворител като ацетонитрил, диоксан или тетрахидрофуран в присъствието на ненуклеофилна основа като DBU в продължение на 0,2 до 2 h.

Много от силиловите сулфонамиди с формула II могат да се получат от взаимодействието на сулфонилхлориди по формула V с t-бутилдиметилсилиламин по формула V-виж [5], както е показано в реакция 3.

Реакция 3.

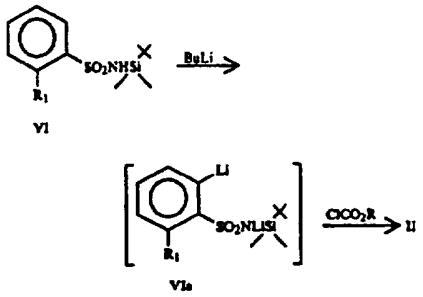


V

Реакцията протича при температура от 0 до 30°C в разтворител като дихлорметан в присъствието на 1 до 2 еквивалента на амина и 1 еквивалент на натриев бикарбонат.

Алтернативно, много силилови сулфонамиди по формула II могат да се получат чрез взаимодействието на силилсулфонамида по формула VI с алкилни хлороформиати, както е показано в реакция 4.

Реакция 4



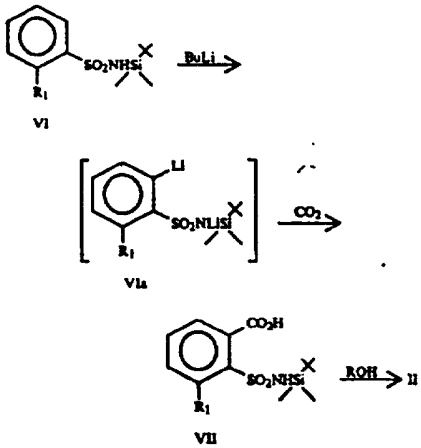
VI VIa

Реакцията протича при взаимодействието на подходящи силилсулфонамиди по формула VI с органолитиев реактив като n-бутиллитий в инертен апротонен разтворител като тетрахидрофуран при температура от -78 до 0°C в продължение на 0,5 до 3 h.

Междинното алкилтио съединение Ia взаимодейства с алкилен ортоформиат при температура от -78 до 0°C в продължение на 0,5 до 5 h. Силилсулфонамидите II се изолират по познати методи.

Силилсулфонамиди с формула II могат да се получат по индиректен начин по реакция 5.

Реакция 5:



VI VIa VII

Първите два етапа се извършват, както е описано в реакция 4. В [6] също са разкрити методи за получаване на киселинно междинно съединение, подобно на киселините от формула II.

Много сулфонамиди от формула IV могат да бъдат приготвени чрез деблокирането на t-бутилсулфонамиди от формула IIa както в реакция 6.

Реакция 6:

от търсеното съединение във вид на жълто маслообразно вещество с nD 1,5642.

90 MHz NMR ($CDCl_3$), δ 1,39 (d, 6H, CH_3); 2,39 (s, 3H, CH_3); 3,99(s, 2H, CH_2) 5,32 (m, 1H, CH); 7,26(m, 8H, аром).

Спектрални линии в инфрачервената област (IR) 1720 $см^{-1}$ (без примеси).

Пример 2.

Метил-2-(хлорсулфонил)-3-метилбензоат

Към разбъркана суспензия от метил-3-метил-2-(фенилметилтио)-бензоат (24 g), дихлорметан (700 ml) вода (150 ml) и концентрирана солна киселина (34 ml), при 0°C, бавно се добавя 5% натриев хипохлорит (450 ml). Получената в резултат суспензия със жълт цвят се разбърква в продължение на 1 час при 0°C. Дихлорметановата фаза се изсушава с магнезиев сулфат, филтрира се, сгъстява се и се претрива със смес от хлорбутан и хексан, в резултат от което се получават 14 g от търсеното съединение във вид на бяло твърдо вещество с т.т. 114-116°C.

90 MHz NMR ($CDCl_3$) δ 2,82 (s, 3H, CH_3); 3,97 (s, 3H, OCH_3); 7,5 (m, 3H, аром.).

IR (nujol) 1730, 1360 и 1175 $см^{-1}$.

Пример 3.

Етил-2-[((диметил)-(1,1-диметилетил)-силиламино)-сулфонил]-3-нитробензоат.

Суспензия от етил-2-(хлорсулфонил)-3-нитробензоат (14,7 g), амино-t-бутилдиметилсилан (15,4 g) и натриев бикарбонат (3,5 g) в дихлорметан (300 ml) се разбърква в затворена колба в продължение на 4 дни при стайна температура. След това се добавя вода (90 ml) и наситен воден разтвор на бикарбонат (45 ml) и получената смес се разбърква. След това дихлорметановата фаза се изсушава с магнезиев сулфат, филтрира се, концентрира се и се хроматографира върху силикагел, отмит с 20 %-ов разтвор на етилацетат в хексани и в резултат се получава 12,9 g от търсеното съединение във вид на бяло твърдо вещество, т. т. 101 - 102°C.

90 MHz NMR ($CDCL_3$) δ 0,30 (s, 6H $SiCH_3$); 0,97(s, 9H, CH_3) 1,41 (t,3H, CH_3); 4,48(q, 2H, OCH_2), 5,86(s, 1H, NH); 7,7(m,3H, аром) .

IR (nujol) 3200, 1730 и 1700 $см^{-1}$.

Пример 4.

Метил-2[(((диметил)-1,1диметилетил)силиламино)-сулфонил]-3-трифлуорметил-бензоат.

Разтвор от N-[(диметил)-1,1-(диметилетил) силил]-2-трифлуорметилбензенсулфонамид (17,5 g) в сух тетрахидрофуран (250 ml) се подлага на взаимодействие с 2,5 M бутиллитий (46 ml) при 50°C и в продължение на 1,5 h се нагрява до 0°C в инертна атмосфера. След това сместа се охлажда до -78°C и се добавя към разтвор от метилхлороформат в сух тетрахидрофуран (300 ml) при -78°C. Получената смес се разбърква при -78°C в течение на 1,5 h в инертна атмосфера, а след това реакцията се прекъсва с наситен воден амониев хлорид (100 ml). След нагряване до 0°C слоят тетрахидрофуран се изсушава с магнезиев сулфат, филтрира се, изпарява се и се хроматографира на силикагел, при елюиране на 20 % хлорбутан, 10 % тетрахидрофуран и 70 % хексан, в резултат от което се получава 2,13 g от търсеното съединение във вид на бяло твърдо вещество, т. т. 80-84°C.

90 MHz NMR ($CDCl_3$) δ 0,29(s, 6H, $SiCH_3$); 0,96 (s, 9H, CH_3); 4,02 (s, 3H, OCH_3); 5,63 (s, 1H, NH); 7,8(m,2H, аром); 8(m, 1H, аром).

IR (nujol) 3250, 1725 $см^{-1}$.

Пример 5.

Етил-2[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил]амино]сулфонил]-3-метилбензоат

Разтвор от 2-[диметил-(1,1-диметилетил)-силиламино]-3-метил бензоена киселина (0,36 g) и 0-фенил-N-[4-диметиламино-6-(2,2,2-трофлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил] карбамат (0,39 g) в ацетонитрил (10 ml) се обработва с 1 M разтвор от тетрабутиламониев флуорид в тетрахидрофуран (1,1 ml). Сместа се разбърква в продължение на 2 часа. След разреждане на реакционната смес с вода (20 ml) и подкиселяване с 1 N солна киселина, получената утайка се филтрира, промива се с вода и хексан/етер, подсушава се с въздух и се получава 0,28 g от търсеното съединение във вид на бяло твърдо вещество, т. т. 134-142°C.

200 MHz NMR ($CDCL_3$) δ, 1,38(t, 3H, CH_3), 2,89(s, 3H, CH_3); 3,24(s, 6H, NCH_3); 4,36 (q, 2H, OCH_2); 4,74(q, 2H, CH_2); 7,4 (m, 4H, аром. и NH), 12,38 (s, 1H, NH).

IR (nujol) 1710, 1695 $см^{-1}$.

Пример 6.

Метил-2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]

карбонил]амино]сулфонил]-3-метилбензоат

Разтвор от метил 2-[диметил-(1,1диметилетил)силиламино]-3-метилбензоат (0,68 g) и 0-фенил-N-(4-диметиламино-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил/карбамат (0,79 g) в тетрахидрофуран (10 ml) се обработва с 1 М разтвор от тетрабутиламониев флуорид в тетрахидрофуран (2,2 ml). Получената смес се разбърква в течение на 1 h. След разреждане на реакционната смес с вода (30 ml) и подкиселяване с 1 N- солна киселина получената утайка се филтрира, промива се с вода и хлорбутан/хексан и се изсушава на въздуха, в резултат от което се получава 0,58 г от търсеното съединение във вид на твърдо бяло вещество с т.т. 151 - 159°C (с разлагане). Друг образец, получен предварително по същия начин бива разтопен при 150 - 160°C с разлагане.

300 MHz NMR (DMSO); δ, 3,04(s, 3H, CH_3); 3,46 (s, 6H, NCH_3); 4,10(s, 3H, OCH_3); 5,32 (m, 2H, $C5_2$); 7,78(d, 1H, аром); 7,84(d, 1H. аром); 7,98(m, 1H, аром); 11,1(s, 1H, NH); 13,1(s, 1H, NH).

IR (nujol) 1730 $см^{-1}$.

Следващите съединения могат да се получат по известните методи, пояснени в примерите от 1 до 6.

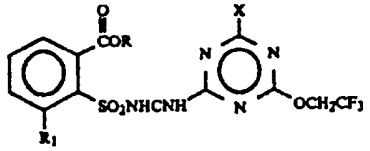


Таблица 1

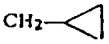
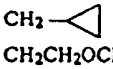
R_1	R	X
CH_3	CH_3	$NHCH_3$
CH_3	CH_3	$N(CH_3)_2$
CH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$
CH_3	CH_2CH_3	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2CH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2CH_2CH_3$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH(CH_3)_2$	$NHCH_3$
CH_3	$CH(CH_3)_2$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2CH_2CH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2CH_2CH_2CH_3$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2CH(CH_3)_2$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2CH(CH_3)_2$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH(CH_3)CH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_3	$CH(CH_3)CH_2CH_3$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2CH=CH_2$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2CH=CH_2$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2C\equiv CH$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2C\equiv CH$	$N(CH_3)_2$
CH_3	CH_2-	$NHCH_3$
CH_3	CH_2-	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2CH_2OCH_3$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2CH_2OCH_3$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2CH_2OCH_2CH_3$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2CH_2SCH_3$	$NHCH_3$
CH_3	$CH_2CH_2SCH_3$	$N(CH_3)_2$
CH_3	$CH_2CH_2SCH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_3	CH_2CH_2CN	$NHCH_3$
CH_3	CH_2CH_2CN	$N(CH_3)_2$

Таблица 1 (продължение)

CH_3	CH_2CH_2Cl	$N(CH_3)_2$
CH_3	CH_2CH_2F	$N(CH_3)_2$
CH_3	CH_2CH_2Br	$N(CH_3)_2$
CH_2CH_3	CH_3	$N(CH_3)_2$
CH_2CH_3	CH_3	$NHCH_3$
CH_2CH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$
CH_2CH_3	CH_2CH_3	$N(CH_3)_2$
CH_2CH_3	$CH(CH_3)_2$	$N(CH_3)_2$
CH_2CH_3	$CH_2CH=CH_2$	$N(CH_3)_2$
CH_2CH_3	CH_2CH_2Cl	$N(CH_3)_2$
CF_3	CH_3	$N(CH_3)_2$
CF_3	CH_3	$NHCH_3$
CF_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$
CF_3	CH_2CH_3	$N(CH_3)_2$
CF_3	CH_2–	$N(CH_3)_2$
CF_3	CH_2–	$NHCH_3$
CF_3	CH_2CN	$NHCH_3$
CH_2CH_2Cl	CH_3	$NHCH_3$
CH_2CH_2Cl	CH_2CH_3	$NHCH_3$
CH_2CH_2Cl	$CH_2CH_2CH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_2CN	CH_3	$NHCH_3$
CH_2CN	CH_3	$N(CH_3)_2$
CH_2CN	CH_2CH_3	$N(CH_3)_2$
CH_2CN	CH_2CH_3	$NHCH_3$
CH_2CN	$CH_2CH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_2CN	$CH_2CH_2CH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_2CN	$CH_2CH=CH_2$	$NHCH_3$
CH_2CN	$CH_2CH=CH_2$	$N(CH_3)_2$
CH_2CN	$CH_2CH_2OCH_2CH_3$	$N(CH_3)_2$
CH_2CN	$CH_2CH_2OCH_2CH_3$	$NHCH_3$
CH_2OCH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$
CH_2OCH_3	CH_2CH_3	$N(CH_3)_2$
CH_2OCH_3	$CH(CH_3)_2$	$N(CH_3)_2$
CH_2OCH_3	$CH(CH_3)_2$	$NHCH_3$
CH_2OCH_3	CH_2–	$NHCH_3$
CH_2OCH_3	CH_2–	$N(CH_3)_2$
OCH_3	CH_3	$N(CH_3)_2$
OCH_3	CH_3	$NHCH_3$
OCH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$

Таблица 1 (продължение)

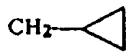
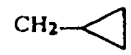
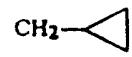
OCH_3	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$
OCH_3	$CH/CH_3/_2$	$N/CH_3/_2$
OCH_3	$CH/CH_3/_2$	$NHCH_3$
OCH_3	$CH_2CH=CH_2$	$NHCH_3$
OCH_3	$CH_2CH=CH_2$	$N/CH_3/_2$
OCH_3		$N/CH_3/_2$
OCH_3	$CH_2CH_2OCH_2CH_3$	$N/CH_3/_2$
OCH_3	$CH_2CH_2CH_3$	$N/CH_3/_2$
OCH_3	$CH_2CH_2CH_2CH_3$	$N/CH_3/_2$
OCH_3	CH_2CH_2C	$N/CH_3/_2$
OCH_2CH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$
OCH_2CH_3	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$
OCH_2CH_3	$CH_2CH_2OCH_3$	$NHCH_3$
OCH_2CH_3	CH_2CH_2Br	$NHCH_3$
$OCH_2CH_2CH_3$	CH_3	$N/CH_3/_2$
$OCH_2CH_2CH_3$	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$
$OCH/CH_3/_2$	CH_3	$N/CH_3/_2$
$OCH/CH_3/_2$	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$
$OCH/CH_3/_2$	$CH_2CH_2OCH_3$	$N/CH_3/_2$
SCH_3	CH_3	$NHCH_3$
SCH_3	CH_3	$N/CH_3/_2$
SCH_3	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$
SCH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$
SCH_3	$CH_2CH_2CH_3$	$NHCH_3$
SCH_3	$CH_2C=CH$	$NHCH_3$
SCH_3	$CH_2CH_2OCH_3$	$NHCH_3$
SCH_2CH_3	CH_3	$NHCH_3$
SCH_2CH_3	CH_3	$N/CH_3/_2$
SCH_2CH_3	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$
SCH_2CH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$
SCH_2CH_3		$NHCH_3$
SCH_2CH_3		$NH/CH_3/_2$
SCH_2CH_3	$CH_2CH_2CH_3$	$N/CH_3/_2$
SCH_2CH_3	$CH_2CH_2OCH_3$	$N/CH_3/_2$
$SCH_2CH_2CH_3$	CH_3	$N/CH_3/_2$
$SCH_2CH_2CH_3$	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$

Таблица 1 (продължение)

$SCH_2CH_2CH_3$	CH_2CH_2Br	$N/CH_3/_2$
$SCH/CH_3/_2$	3	$N/CH_3/_2$
$SCH/CH_3/_2$	$_2CH_2OCH_3$	$N/CH_3/_2$
$SCH/CH_3/_2$	2 	$N/CH_3/_2$
SC_6H_5	3	$NHCH_3$
SC_6H_5	3	$N/CH_3/_2$
SC_6H_5	$_2CH_3$	$NHCH_3$
SC_6H_5	$_2CH_3$	$N/CH_3/_2$

Рецептури

Подходящи рецептури на съединенията съгласно формула I могат да се получат по традиционните начини. Те включват прахове, гранули, пелети, разтвори, суспензии, емулсии, омокряеми прахове, емулгируеми концентрати и други. Много от тях могат да се прилагат директно. Рецептурите във вид на спрей могат да са разредени в подходящи средства и да се използват в количества от няколко литра до няколко стотици литра на хектар. Високоякостните смеси се използват основно като междинни съединения за други състави. В общи линии рецептурите съдържат около 0,1% до 99% тегл. активни ингредиенти и поне една от двете съставки: /а/ около 0,1% до 20% повърхностноактивни вещества и /б/ около 1% до 99,9% твърди или течни инертни разтворители. По-специално, те ще съдържат тези ингредиенти в следните приблизителни пропорции:

Теглови проценти*

	Активен ингредиент	Разтворител	Повърхностноактивно в-во
Омокряеми прахове	20-90	0-74	1-10
Маслени суспензии, емулсии, разтвори /включително и емулгируеми концентрати/	3-50	40-95	0-15
Водни суспензии	10-50	40-84	1-20
Прахове	1-25	70-99	0-5
Гранули и пелети	0,1-95	5-99,9	0-15
Високоякостни смеси	90-99	0-10	0-2

*Активен ингредиент плюс поне едно от двете повърхностноактивно вещества или разтворител е равно на 100% тегл.

Могат да съществуват по-ниски или по-високи нива на активните ингредиенти в зависимост от употребата и от физическите качества на съединението. Понякога са желателни по-високи стойности на съотношението между повърхностноактивните вещества и активните ингредиенти, което се постига с обединяване в рецептурата или чрез смесване в резервоар.

Характерни твърди разтворители са описани в [12], но могат да бъдаат използвани и други разтворители, изкопаеми или произведени промишлено. За омокряемите пудри се предпочитат разтворители с по-голяма поглъщателна способност, а за праховете се предпочитат по-плътни разтворители. Типични течни разтворители са описани в [13], За концентрати във вид на суспензии се предпочита разтворимост под 0,1 %. За препоръчване е тези концентрати да са устойчиви на отделянето на фазите при 0°С. В [14] и [15] са описани повърхностноактивни вещества и са дадени препоръки за употребата им.

Всички рецептури могат да съдържат минимални количества пеногасители, средства против образуване на утайки, химично разтваряне, поява на микробиологични култури и др. Методите за получаване на тези съединения са добре известни. Разтворите се приготвят с обикновено смесване на ингредиентите.

Финитe твърди съединения се получават чрез смесване и обикновено чрез смилане в чукова мелница или в мелница с водно задвижване. Суспензиите се приготвят в мелници за мокро смилане, както е описано в [16]. Гранулите и пелетите могат да се приготвят чрез пулверизиране на активния материал върху предварително оформени таблетиращи носачи или чрез агломеризационни процеси. Това е описано в [17]. Повече информация относно начините на получаване на смесите може да се намери в [18, 19, 20, 21, 22 и 23].

В следващите примери всички съставни части са дадени в тегловни проценти, с изключение на тези, които са означени по друг начин.

Пример 7. Омокряема пудра

Омокряема пудра	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	80 %
Натриев алкилнафталенсулфонат	2 %
Натриев лигнинсулфонат	2 %
Синтетичен аморфен кварц	3 %
Каолин	13 %

Ингредиентите се смесват, смилат се в чукова мелница, докато всички твърди частици достигнат размер под 50 микрона, размесват се повторно и се опаковат.

Пример 8. Омокряема пудра

Омокряема пудра	
Етил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	50 %
Натриев алкилнафталенсулфонат	2 %
Нисko вискозна метилцелулоза	2 %
Инфузорна пръст	46 %

Ингредиентите се смесват, смилат се грубо в чуkова мелница и след това се смилат чрез въздух, при koето се получават частици с размер под 10 μ. Продуkтът се размесва повторно преди опаkоването.

Пример 9. Гранули

Гранули	
Омоkряема пудра от Пример 8	5 %
Атапулгитни гранули (обезпрашени) (USS 20 до 40 меша; 0,84 - 0,42 мм)	95 %

Пулпът от омоkряема пудра, съдържащ твърди частици 25 %, се пулверизира върху повърхността на атапулгитните гранули в двуkонусен смесител. Гранулите се изсушават и се опаkоват.

Пример 10. Шприцовани пелети

Шприцовани пелети	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретоkси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино] kарбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	25 %
Безводен натриев сулфат	5 %
Непречистен kалциев лигнинсулфонат	1 %
Натриев алkилнафталенсулфонат	59 %
Калциев/магнезиев сулфонат	

Ингредиентите се смесват, смилат се в чуkова мелница и се овлажняват с оkоло 12 % вода. Сместа се формува чрез пресоване във вид на цилиндри с диаметър 3 mm, koито се нарязват за получаване на пелети с дължина 3 mm. Пелетите могат да се използват директно след изсушаване или изсушените пелети могат да бъдат cmlени, за да преминат през USS сито № 20 (с отвори 0,84 mm). Гранулите, koито са се задържали върху USS сито No. 40 (с отвори 0,42 mm), могат да се опаkоват за употреба и ситните фраkции да се върнат за повторен циkъл.

Пример 11. Нисkоякостни гранули

Нисkоякостни гранули	
Етил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретоkси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино] kарбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	0,1%
Атапулгитни гранули (USS от 20 до 40 меша, 0,42 - 0,84 mm)	99,9 %

Аktивният ингредиент се разтваря в разтворител и разтворът се пулверизира върху обезпрашените гранули в двуkонусен смесител. След kато пулверизирането завърши, материалът се затопля, за да се изпари разтворителят, след koето се охлажда и се опаkова.

Пример 12. Гранули

Гранули	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	80%
Реактив за овлажняване	1%
Непречистена лигнинсулфонатна сол (съдържаща от 5 до 12 % естествени захари)	10 %
Атапулгитна глина	9 %

Ингредиентите се смесват и смилат, за да преминат през сито 100 меша. След това материалът се внася в гранулатор със слой от флуидизиран материал, въздушният поток се регулира, за да се постигне леко флуидизиране и фина струя вода се пулверизира върху флуидизирания материал. Флуидизацията и пулверизирането продължават, докато се получат гранули с желания размер. Пулверизирането спира, но флуидизацията продължава (не е задължително със затопляне), докато водното съдържание се намали до исканото ниво, обикновено по-малко от 1 %. Материалът се разтоварва, пресява се до желания обхват, обикновено от 14 до 100 меша (от 1410 до 149 μ) и се опакова за употреба.

Пример 13. Нискоякостни гранули

Нискоякостни гранули	
Етил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	1 %
N,N-диметилформамид	9 %
Атапулгитни гранули (USS от 20 до 40 меша, 0,42 - 0,84 mm)	90 %

Активният ингредиент се разтваря в разтворител и разтворът се пулверизира върху обезпрашените гранули в двуконусен смесител. След завършване на пулверизирането смесителят се пуска в действие за кратко време и после гранулите се опаковат.

Пример 14. Водна суспензия

Водна суспензия	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	40 %
Полиакрилна киселина като сгъстител	0,3 %
Додецилфенол полиетилен гликол етер	0,5 %
Динатриев фосфат	1 %
Мононатриев фосфат	0,5 %
Поливинилалкохол	1,0 %
Вода	56,7 %

Ингредиентите се смесват и смилат заедно в пясъчна мелница, докато се получат частици с размер под 5 μ.

Пример 15. Разтвор

Разтвор	
Етил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино] карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат, натриев хлорид	5 %
Вода	95 %

Натриевият хлорид се добавя директно към водата с разбъркване до получаване на разтвор, който може да бъде разфасован за употреба.

Пример 16. Високоякостен концентрат

Високоякостен концентрат	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино] карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	99 %
Силика аерогел	0,5 %
Синтетичен аморфен кварц	0,5 %

Ингредиентите се смесват и смилат в чукова мелница, докато се получи материал, който изцяло минава през USS-сито № 50 (отвор 0,3 mm).

Пример 17. Омокряема пудра

Омокряема пудра	
Етил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино] карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	90 %
Диоктилнатриев сулфосукцинат	0,1 %
Синтетичен фин кварц	9,9 %

Ингредиентите се смесват и смилат в чукова мелница, докато се получат частици с размер под 100 μ. Материалът се пресява през USS-сито No. 50 и след това се опакова.

Пример 18. Омокряема пудра

Омокряема пудра	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	40 %
Натриев лингнинсулфонат	20 %
Монтморилонитна глина	40 %

Ингредиентите се смесват, смилат се грубо в чукова мелница и след това се смилат във въздушна мелница до получаване на частици, които изцяло имат размер, по-малък от 10 μ. Материалът се връща за повторен цикъл и след това се опакова.

Пример 19. Маслена суспензия

Маслена суспензия	
Етил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	35 %
Смес от полиалкохолни карбоксилни естери и маслоразтворими нефтени сулфонати	6 %
Ксилен	59 %

Ингредиентите се смесват и се смилат заедно в пясъчна мелница до получаването на частици с размер под 5 μ. Продуктът може да се използва направо, може да бъде разреден с масла или емулгиран във вода.

Пример 20. Прахове

Прахове	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	10 %
Атапулгит	10 %
Пирофилит	80 %

Активният ингредиент се смесва с атапулгита и след това се смила в чукова мелница до получаване на частици с размер под 200 μ. Смленият концентрат се смесва с прахообразния пирофилит, докато се получи хомо-генна смес.

Пример 21. Маслена суспензия

Маслена суспензия	
Етил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	25 %
Полиоксиетилен сорбит хексаолеат	5 %
Високоалифатно въглеводородно масло	70 %

Ингредиентите се смесват заедно и се смилат в пясъчна мелница, докато твърдите частици получат размер, по-малък от 5 μ. Получената плътна суспензия може да се прилага директно, но е за предпочитане това да става, след като тя е разредена с масло или емулгирана във вода.

Пример 22. Омокряема пудра

Омокряема пудра	
Метил 2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил амино]сулфонил]-3-метилбензоат	20 %
Натриев алкилнафталенсулфонат	4 %
Натриев лигмимсулфонат	4 %
Нисko вискозна метилцелулоза	3 %
Атапулгит	69 %

Ингредиентите се смесват напълно. След смилането в чукова мелница до получаване на частици с размер, по-малък от 100 μ, материалът се смила повторно и се пресява през USS-сито № 50 (отвор 0,3 mm), след което се опакова.

Приложение

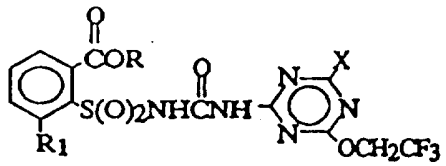
Съединенията съгласно изобретението са особено подходящи за борба с нежеланата растителност при насаждения от захарно цвекло, кръмно цвекло и червено цвекло. Тези култури изискват дълъг период от време за стабилизирането си. В този интервал кълновете трябва да се отглеждат много внимателно, като се отделя особено внимание на борбата с плевелите с цел да се предотвратят увреждания и загуби в добивите. Съединенията съгласно изобретението, могат да се използват преди или след поникването и ще контролират растежа на плевелите, включващи Galium aparine, Polygonum convolvulus, Sinapsis arvensis и Alopecurus myosuroides.

Начинът на приложението на съединенията се определя от много фактори като вида на плевелите, времето и климата, вида на почвата, времето на приложение, възрастта и размера на културите и на плевелите, метода на приложение и др. В общи линии количеството ще варира между около 0,5 и 1000 g/ha, като за предпочитане са стойности между 10 и 125 g/ha. Тази норма във всяка конкретна ситуация може да се определи от всеки обикновен специалист в тази област.

Посочените съединения могат и често ще бъдат използвани в смес с един или повече други хербициди, подходящи за насаждения от цвекло, като метамитрон, фенмедифам, десмедифам, хлоридазон, ленацил, етофумезат, циклоат, хлопиралид, диалат, триалат, дихлофоп-метил, квизалофоп-етил, фузалифоп-бутил, халоксафоп, сетоксид и алоксид.

Селективните свойства на тези съединения са изучени в тестове, проведени в парници. Резултатите от тези тестове показват ясно

активността и селективността на съединенията и са дадени в следващите таблици.



Съединение	R_1	R	X	Точка на топене
1	CH_3	CH_2CH_3	$N/CH_3/_2$	134-142°C
2	CH_3	CH_3	$NHCH_3$	123-129°C /d/
3	CH_3	CH_3	$N/CH_3/_2$	150-160°C /d/
4	CH_3	$/CH_2/_2CH_3$	$N/CH_3/_2$	143-150°C /d/
5	CH_3	$/CH_2/_2CH_3$	$NHCH_3$	159-163°C
6	CH_3	$CH/CH_3/_2$	$NHCH_3$	185-186°C
7	CH_3	$CH/CH_3/_2$	$N/CH_3/_2$	155-156°C
8	CH_3	CH_2-с с о-C_3H_5	$N/CH_3/_2$	105-115°C /d/
9	CH_3	CH_2CH_3	$NHCH_3$	149-152°C
10	CH_3	$C/CH_3/_3$	$NHCH_3$	181-183°C
11	CH_3	$C/CH_3/_3$	$N/CH_3/_2$	82-89°C

Тест А

Семена от : Hordeum vulgare, Echinochloa crus-gally, Bromus tectorum, Xantium pensylvanicum, царевица, памук, Digitaria spp., Setaria faberi, Ipomoea spp., ориз, Sorghum bicolor, соя, захарно цвекло, Abutilon theophrasti, пшеница, Avena fatua, Cyperis rotundus са засадени и обработени преди поникването с опитни химикали, разтворени в нефитотоксичен разтворител. В същото време тези видове култури и плевели са обработени с химикали след поникването. Растенията имат височина от 2 до 18 см (стадий на 2 до 3 листа) за обработване след поникването. Обработените растения се отглеждат в парници в продължение на 16 дена, след което всички видове се сравняват с контролните образци и оценяват визуално.

Нормите, дадени в таблица А, са базирани на скала от 0 до 10, където 0 означава нулев ефект, а 10 означава пълен контрол върху разпространението на плевелите, Знакът „-" означава, че не е проведен тест. Другите означения имат следното значение:

C - хлороза / некроза;

G - задържане на растежа;

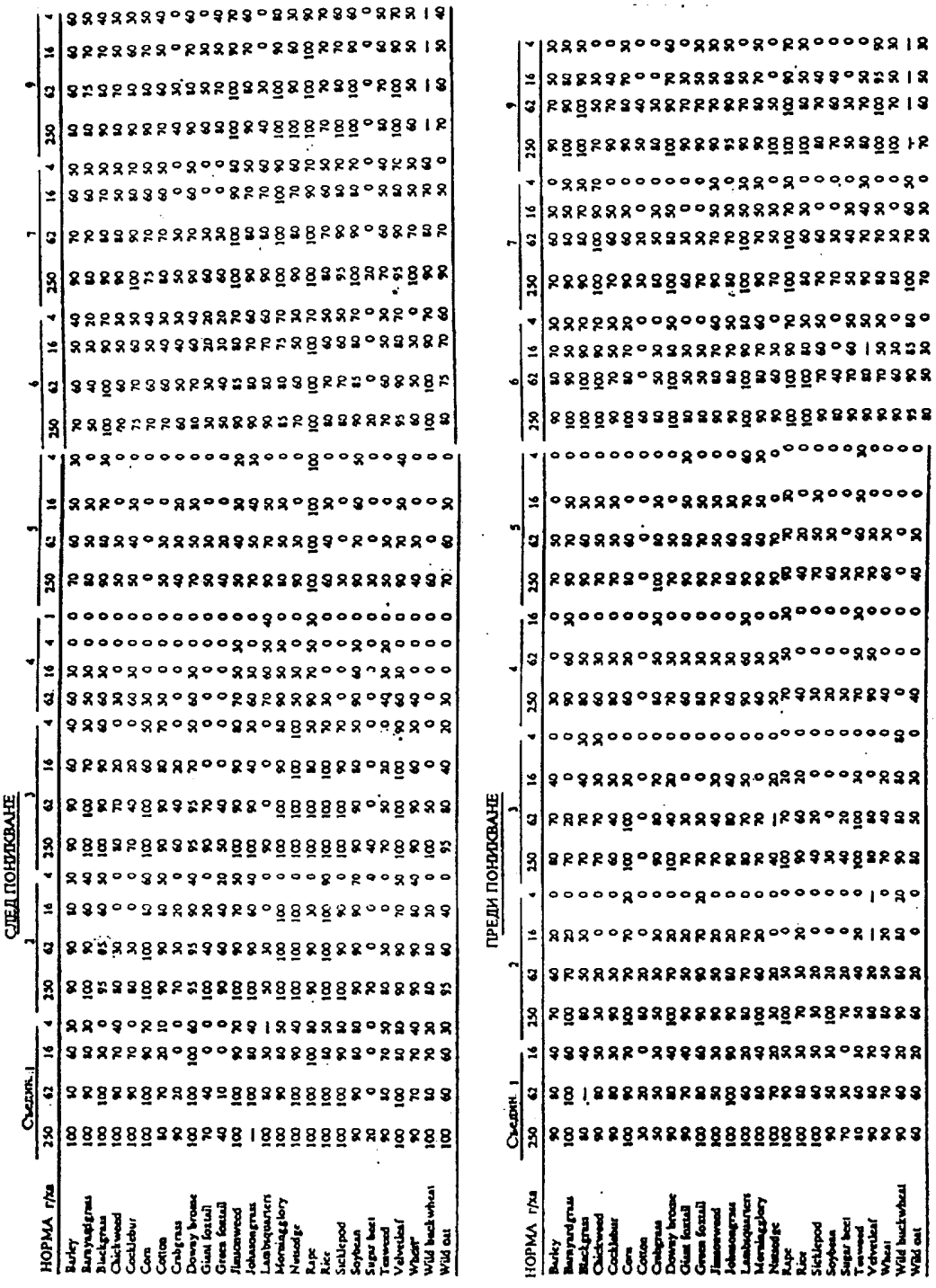
H - формиращ ефект

Тест В

Семена от Hordeum vulgare, Echinochloa crus-galli, Alopecurus myosuroides, Stellaria media, Xanthium pensylvanicum , царевица, памук, Digitaria spp., Bromus tectorum, Setaria faberi, Setaria viridis, Datura stramonium, Sorghum halepense, Chenopodium album, Imopoea spp., рапица, ориз, Cassia obtusifolia, соя, захарно цвекло, Sida spinosa, Abutilon theophrasti, пшеница, Polygonum convolvulus, Avena fatua, Cyperus rotundus са засадени и обработени преди поникването с оптични химикали, разтворени в нефитотоксичен разтворител. В същото време, тези култури и плевели са обработени с химикали след поникването. Растенията имат височина 2 до 18 см (стадий на 2 до 3 листа) за обработване след поникването.

Обработените растения са отгледани в парници в продължение приблизително на 14 дена, след което всички видове са сравнени с контролните образци и оценени визуално. Характеристиките, посочени в таблица В, са базирани на скалата от 0 до 100, където 0 означава нулев ефект, а 100 означава пълен контрол върху разпространението на плевелите. Знакът „-" означава, че не е проведен тест.

Таблица В



Тест С

Подбрани семена от култури и плевели, включващи Poa annua, Hordeum vulgare, Solanum nigrum, Alopecurus myosuroides, Galium aparine, Stellaria media, Setaria viridis, Lolium multiflorum, Polygonum aviculare, Kochia scoparia, Chenopodium album, Amaranthus retroflexus, рапица, Matricaria inodora, Polygonum persicaria, Veronica persica, захарно цвекло, Viola arvensis, пшеница, Polygonum convolvulus, Brassica spp., Avena fatua, Raphanus raphanistrum, са засадени и обработени преди поникването с опитни химикали, разтворени в нефитотоксичен разтворител. Подбрани видове от този списък са обработени с химикали след поникването. Растенията за обработване след поникването са с височина 2 до 20 см (стадий 2 до 3 листа). Обработените растения и контролни образци са отгледани в парници в продължение на 24 дена, след което всички видове са сравнени с контролните образци и оценени визуално. Характеристиките, посочени в таблица С, са базирани на скала от 0 до 100, където 0 означава нулев ефект, 100 - пълен контрол върху растежа на нежеланата растителност. Знакът „-" означава, че не е проведен тест.

Таблица С

СЛЕД ПОНИКВАНЕ

	Съедин. 1				2					3					4			
НОРМА г/ха	64	32	16	8	250	125	64	32	16	250	125	64	32	16	64	32	16	8
Annual bluegrass	70	70	30	0	100	80	80	40	0	100	60	60	20	20				
Barley	85	70	75	50	100	100	80	80	70	80	80	80	70	50				
Black nightshade	100	100	100	75														
Blackgrass	100	100	80	50	100	100	100	100	0	100	100	80	30	20	50	50	30	0
Catchweed bedstraw	100	90	75	0											20	20	0	0
Chickweed	85	60	40	20	20	20	0	0	0	90	50	20	20	0	30	20	0	0
Green foxtail	50	0	0	0	80	80	40	40	40	90	80	40	40	20				
Italian ryegrass	100	50	50	0														
Knotweed															—	20	0	0
Kochia	90	100	50	20														
Lambsquarters	0	0	0	0	100	60	60	60	30	100	30	0	0	0	20	0	—	—
Pigweed	40	40	30	0	100	100	80	60	60	100	100	40	20					
Rape	90	90	75	60														
Scentless chamomile	100	100	90	30											70	50	50	50
Smartweed					100	100	90	90	90	100	100	100	90	90				
Speedwell	100	90	50	30											80	50	30	30
Sugar beet	0	0	0	0	50	30	0	0	0	20	0	0	0	0	20	0	0	0
Viola															0	0	0	0
Wheat	75	75	50	50											40	40	30	30
Wild buckwheat	100	80	60	40	100	100	100	100	80	100	95	100	90	90	40	30	20	0
Wild mustard	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100				
Wild oat	70	70	50	30	90	80	70	60	50	50	50	0	0	0	50	40	40	40
Wild radish	100	100	100	100														

СЛЕД ПОНИКВАНЕ

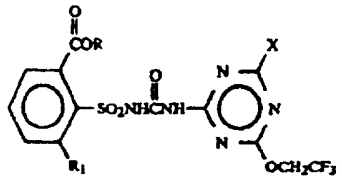
	5				6				7				8	9				
НОРМА г/ха	125	64	32	16	125	64	32	16	125	64	32	16	125	125	64	32	16	8
Blackgrass	50	50	50	20	100	80	80	50	90	90	50	50	50	100	100	100	100	100
Catchweed bedstraw	70	70	70	30	90	60	60	30	80	80	80	50	60	100	90	90	90	70
Chickweed	0	0	0	0	0	0	0	0	80	50	20	0	30	80	30	30	0	0
Knotweed	—	50	50	0	—	50	—	50						90	90	90	70	70
Lambsquarters	—	—	—	0									0					
Scentless chamomile	50	30	20	20	100	80	80	80	100	100	100	80	85	100	100	100	70	50
Speedwell	80	60	50	50	100	80	80	30	100	100	50	50	80	100	100	100	80	80
Sugar beet	15	0	0	0	20	0	0	0	0	0	0	0	30	15	0	0	0	0
Viola	30	30	0	0	70	70	70	20	100	100	50	30	60	100	100	80	50	30
Wheat	50	30	30	30	80	80	70	50	80	80	70	50	70	100	60	50	50	50
Wild buckwheat	50	50	20	20	100	100	80	70	100	90	80	80	70	100	90	80	70	60
Wild oat	70	50	50	50	100	70	70	70	80	80	50	50		100	90	80	80	80

ПРЕДИ ПОНИКВАНЕ

	Съедин. 1		2		3		4	5		6			7			8	9		
НОРМА г/ха	64	32	64	32	64	32	64	125	64	125	64	32	125	64	32	125	125	64	32
Annual bluegrass	75	30	20	0	20	0													
Barley	70	40	70	30	50	30													
Black nightshade	30	0																	
Blackgrass	100	100	70	40	30	30	50	90	70	100	80	80	80	80	40	50	100	100	90
Catchweed bedstraw	100	0					90	90	80	90	90	80	90	90	90	0	100	100	90
Chickweed	60	0	0	0	0	0	30	80	50	80	80	70	80	70	70	30	100	100	100
Green foxtail	0	0	60	20	20	0													
Italian ryegrass	60	50																	
Knotweed										—	—	30	0	0	0		100	100	100
Kochia	0	0																	
Lambsquarters	0	0	0	0	50	0													
Pigweed	0	0	40	20	0	0													
Rape	75	20																	
Scentless chamomile	90	90					80	90	90	90	80	80	90	90	50	0	100	100	100
Smartweed			90	80	50	50													
Speedwell	60	—					30	100	80	100	100	100	100	80	50	50	100	100	100
Sugar beet	0	0	0	0	30	0	0	80	30	90	90	80	30	30	10	0	100	80	80
Wheat	40	20					20	70	30	70	60	40	0	0	0	0	90	90	70
Wild buckwheat	20	0	20	0	0	0	0	30	30	90	90	80	85	70	70	30	100	100	100
Wild mustard	75	20	100	50	80	0													
Wild oat	70	50	70	0	30	0	30	70	70	80	80	60	80	50	30	40	90	80	70
Wild radish	30	0																	

Патентни претенции

1. Химическо съединение с формула



I

в която

R означава C_1-C_4 алкил, $CH_2CH=CH_2$, $CH_2C=CH$, циклопропилметил или $CH_2CH_2R_2$

R_1 е C_1-C_2 алкил, C_1-C_2 халогеналкил, CH_2CN, CH_2OCH_3, C_1-C_3 алкокси, C_1-C_3 алкилтио, фенилтио или R_3R_4;

R_2 е C_1-C_2 алкокси, C_1-C_2 алкилтио, CN или халоген;

R_3 и R_4 са независимо едно от друго H или CH_3

X е $NHCH_3$, $N(CH_3)_2$ или $N(CH_3)OCH$, като се вземе под внимание, че когато R_1 е OCH_2CH_3 или CH_2OCH_3, R е различно от CH_3.

както и неговите соли, приложими при агрокултурата.

2. Съединение съгласно претенция 1, при което

R е C_1-C_4 алкил;

R_1 е C_1-C_2 алкил и

X е $NHCH_3$ или $N(CH_3)_2$

3. Съединение съгласно претенция 1, при което

R е C_1-C_4 алкил;

R_1 е C_1-C_2 халоалкил и

X е $NHCH_3$ или $N(CH_3)_2$.

4. Съединение съгласно претенция 2, при което

R е C_1-C_3 алкил и

X е $NH(CH_3)_2$

5. Съединение съгласно претенция 2, при което

R е C_1-C_3 алкил и

X е $N(CH_3)_2$

6. Съединение съгласно претенция 1, представляващо етил-2[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил]амино]сулфонил]-3-метилбензоат.

7. Съединение съгласно претенция 1, представляващо метил-2-[[[[[4-(диметиламино)-6-(2,2,2-трифлуоретокси)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил]амино]сулфонил]-3-метилбензоат.

Литература

1. US 4 744 816.

2. EP-A-164 269.

3. South African Application № 84/2245, published 9/28/84.

4. US 4 618 363.

5. J.R.Bowser, et.al., Inorganic Chemistry, 17, 1882 /1978/.

6. J. Lombardino /J.Org.Chem., 36, 1843, /1971/.

7. A.Wagenaar, Recl.Trav.Chim. Pays-Bas 101, 91 /1982/.

8. South African Patent Application № 84/8845 and EP-A-142,152

9. Yale and Sowinski, J.Org.Chem., 25, 1824 /1960/.

10. V.M.Doyle, J.Org.Chem., 42, 2456, 2431 /1977/.

11. US 4 744 816.

12. Watkins, et. al., "Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers", 2nd Ed., Dorland Books, Caldwell, New Jersey.

13. Marsden, "Solvents Guide", 2nd Ed., Interscience, New York, 1950.

14. McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual", MC Publishing Corp., Ridgewood, New Jersey.

15. Sisely and Wood, "Encyclopedia of Surface Active Agents", Chemical Publishing Co., Inc., New York, 1964.

16. Littler, US 3 060 084.

17. J.E., Browuing, "Agglomeration", Chemical Engineeruhg, December 4, 1967, pp. 147 ff.

18. "Perry's Chemical Engineer's Handbook", 5th Ed., McGraw-Hill, New York, 1973, pp. 8-57 ff.

19. H.M. Loux, US Patent 3 235 361, February 15, 1966, Col. 6, lin e 16 through Col. 7, line 19 and Examples 10 through 41.

20. R.W.Luckenbaugh, US patent 3 309 192, March 14, 1967, Col. 5 line 43 through Col. 7, line 62 and Examples 8, 12, 15, 39, 41, 52, 53, 58, 132, 138-140, 162-164, 166, 167, and 169-182.

21. H.Gysin and E.Knusli, US Patent 2

891 855, June 23, 1959, Col. 3, line 66 through Col. 5, line 17 and Examples 1-4.

22. G.C., Klingman, "Weed Control as a Science", John Wiley and Sons, Inc., New York, 1961, pp. 81-96.

23. J. D., Fryer and S.A.Evans, "Weed Control Handbook", 5th Ed., Blackwell Scientific Publication, Oxford, 1968, pp. 101-103.

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

Експерт: Р. Косева

Редактор: А. Семерджиева

Пор. 38336

Тираж: 40 ЗС