

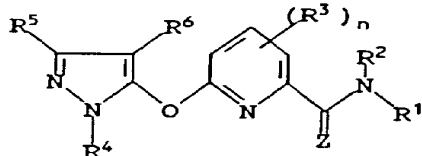


(12) **Описание изобретения**

К ПАТЕНТУ

1

- (21) 96000387
(22) 21.10.93
(31) 92118039
(32) 22.10.92
(33) EP
(46) 08.04.2002, Бюл.№1 (25)
(86) РСТ/ЕР 93/02925, 21.10.93
(72) Аксель Клеemann, Роберт Джон Гриффит
СИРЛ (DE)
(71)(73) ШЕЛЛ ИНТЕРНЕШНЛ РИСЕРЧ МААТ-
СХАППИЙ Б.В. (NL)
(56) US 4251263 A, 1981.
SU 965338 A, 1982.
US 4772309 A, 1988.
EP 488474 A1, 1992.
EP 242573 A1, 1987.
FR 2262663 A, 1975.
DE 3520332 A, 1986.
(54) ПРОИЗВОДНЫЕ ПИКОЛИНАМИДА, ГЕР-
БИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ, СПОСОБ БОРЬБЫ
С НЕЖЕЛАТЕЛЬНОЙ РАСТИТЕЛЬНОСТЬЮ.
(57) Описываются новые гербицидные производ-
ные пиколоинамида общей формулы (I),



в которой Z представляет собой атом кислорода или атом серы, каждый из R¹ и R², независимо, представляет собой атом водорода или необязательно замещенную алкильную, алкенильную, алкинильную, циклоалкильную, циклоалкилалкиль-

2

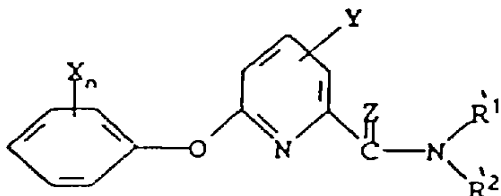
ную, арильную, арилальную, алкарильную группу, гидроксильную группу, алкоксигруппу, алкенилоксигруппу, алкинилоксигруппу, алкилкарбонильную группу, аминогруппу, моно- или диалкиламиногруппу, алкоксикарбониламиногруппу, ариламиногруппу, арилалкиламиногруппу или диалкилкарбамоильную группу, или вместе представляют собой алкиленовую цепь, которая необязательно прерывается атомом кислорода или атомом серы, или группой -NR-, в которой R представляет собой атом водорода или алкильную группу, R³ или каждый R³, независимо, представляет собой атом галогена или алкильную или галогеналкильную группу, каждый из R⁴, R⁵ и R⁶, независимо, представляет собой атом водорода или атом галогена, необязательно замещенную алкильную, алкенильную, алкинильную, циклоалкильную, циклоалкилалкильную, арильную, аралкильную, алкарильную группу, алкоксигруппу, аминогруппу, моно- или диалкиламиногруппу, алкоксикарбониламиногруппу, ариламиногруппу, диалкилкарбамоильную, ацильную группу или ациламиногруппу, или цианогруппу, при условии, что R⁵ и R⁶ не представляют собой ацильную группу, ациламиногруппу или цианогруппу, и n равен 0, 1, 2 или 3. Изобретение также относится к получению упомянутых выше пиколоинамидов, промежуточным соединениям, получаемым при синтезе таких соединений, композициям, содержащим эти соединения, и применению их в качестве гербицидов для борьбы с нежелательной растительностью.

Настоящее изобретение относится к некоторым производным пиразолилосипиколинамида, способу их получения, композициям, содержащим такие соединения, и применению их в качестве гербицидов для борьбы с нежелательной растительностью.

Гербицидная активность соединений 2-фенокси-3-пиридинкарбоксамида хорошо известна. В 1981 и 1982 годах опубликованы описания трех патентов США №№ 4251263, 4270946 и 4327218, ставшие направляющими для работы A.D. Jutman по гербицидам на основе 2-феноксиникотинамида. Его последние обзорные статьи в главе 5 "Синтеза и химии химикатов для сельского хозяйства" ("Synthesis and Chemistry of Agrochemicals") (1987), опубликованной Американским химическим обществом, показывают, что его исследования начинались с 2-феноксиникотиновых кислот (которые, как известно, являются неактивными), продвигались к R-алкиламидам производным /обнаружено, что они являются слабоактивными/, и затем сконцентрированы на N-фенил и N-бензиламидах, как наиболее активных типах соединений. В самом деле, впоследствии был разработан дифлуфеникан (N-(2,4-дифторфенил)-2-(3-трифторметилфенокси)-3-пиридинкарбоксамида) другой исследовательской группой как коммерческий гербицид для применения против широколистных сорняков в зимних зерновых культурах, таких как озимая пшеница и ячмень.

Патент США № 4251263 имеет отношение к N-алкиламидам Jutman, и относится к N-алкил- и N-алкиниламидам. Соединение, документированное как являющееся наиболее активным из полученных и испытанных алифатических амидов, представляет собой N-(1,1-диметилпроп-2-инил)-2-(3-трифторметилфенокси)-3-пиридинкарбоксамида, которое дает 85%-ное подавление при применении до появления всходов, и только 57% - при применении после появления всходов, для определенных узколистных и широколистных видов.

Заявка на Европейский патент EP-A-048874 раскрывает гербицидные соединения 2-фенокси-6-пиридинкарбоксамида общей



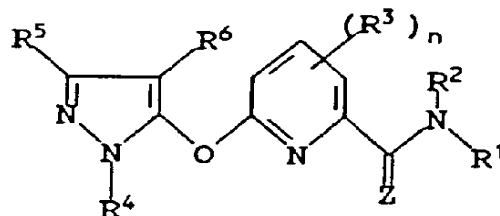
в которой

n является целым числом от 1 до 5, и каждый из X представляет собой, независимо, атом водорода или атом галогена, алкильную группу, необязательно замещенную одним или несколькими одинаковыми или разными заместителями, выбираемыми среди атомов галогена и цианогрупп, гидроксигрупп и алкоксигрупп, или цианогруппу, нитрогруппу, алкинилоксигруппу, алкинилоксигруппу, алкилтиогруппу, галогеналкилтиогруппу или алкилнитрогруппу;

m равен 0 или целому числу от 1 до 3, и каждый из Y представляет собой, независимо, атом галогена или алкильную или галогеналкильную группу; Z представляет собой атом кислорода или атом серы; и R¹ и R², каждый и независимо, представляет собой атом водорода, алкильную группу, необязательно замещенную одним или несколькими одинаковыми или разными заместителями, выбираемыми среди атомов галогена или гидроксигрупп, цианогрупп, алкоксигрупп, алкилтиогрупп, алкоксикарбонил или моно- или диалкильных групп, алкил, алкинил, циклоалкил или необязательно замещенную циклоалкильную группу, или гидроксильную группу, алкоксигруппу, алкинилоксигруппу, алкинилоксигруппу, алкоксикарбонил, аминогруппу, моно- или диалкиламиногруппу, алкоксикарбониламиногруппу, ариламиногруппу, необязательно замещенную атомом галогена, или диалкилкарбамоильную группу; или R¹ и R² вместе представляют алкиленовую цепь, которая, необязательно, прерывается атомом кислорода или атомом серы, или группой -NR-, в которой R представляет собой атом водорода или алкильную группу.

В настоящее время обнаружено, что некоторые новые пиразолилосипиколинамидные соединения показывают отличную гербицидную активность по отношению к типичным представителям испытываемых видов узколистных и широколистных сорняков при до- и послевсходовом применении, причем некоторые образцы проявляют 90 - 100%-ную эффективность по отношению к испытываемым образцам как при до- и послевсходовом применении.

Следовательно, настоящее изобретение относится к соединениям общей формулы I



в которой

Z представляет собой атом кислорода или атом серы, R¹ и R², каждый, независимо, представляет собой атом водорода или необязательно замещенную алкильную группу, алкинильную, алкинильную, циклоалкильную, циклоалкилалкильную, арильную, аралкильную или алкарильную группу, или один из R¹ и R², но не оба, может представлять собой также гидроксильную группу или необязательно замещенную алкоксильную группу, алкинилоксигруппу, алкинилоксигруппу, алкилкарбонильную группу, аминогруппу, моно- или диалкиламиногруппу, алкоксикарбониламиногруппу, ариламиногруппу, арилалкиламиногруппу или диалкилкарбамоильную группу, или R¹ и R² вместе представляют собой алкиленовую цепь, которая, необязательно, прерывается атомом кислорода или атомом серы, или группой -NR-, в которой R представляет собой атом водорода или алкильную груп-

пу, R^3 , или каждый R^3 , независимо, представляет собой атом галогена или алкильную группу, алкоксигруппу, алкилтиогруппу, диалкиламиногруппу или галогеналкильную группу.

R^4 представляет собой атом водорода или атом галогена, или необязательно замещенную алкильную группу, алкенильную, алкинильную, циклоалкильную, циклоалкилалкильную, арильную, аралкильную, алкарильную группу, алкоксигруппу, диалкилкарбамоильную, ацильную группу или цианогруппу, и R^1 и R^2 , каждый и независимо, представляет собой атом водорода или атом галогена, необязательно замещенную алкильную группу, алкенильную, алкинильную, циклоалкильную, циклоалкилалкильную, арильную, аралкильную, алкарильную группу, алкоксигруппу, аминогруппу, моно- или диалкиламиногруппу, алкоксикарбониламиногруппу, ариламиногруппу, диалкилкарбамоильную группу, и n равен 0, 1, 2 или 3.

Изобретение, в особенности, относится к соединениям общей формулы I, в которых любая алкильная, алкенильная, алкинильная часть любого из заместителей с R^1 по R^6 содержит до 12 атомов углерода, предпочтительно - до 10 атомов углерода, любая циклоалкильная часть любого из заместителей с R^1 по R^6 содержит от 3 до 10 атомов углерода, предпочтительно - от 3 до 8 атомов углерода, любая алкиленовая цепь, необязательно прерываемая атомом кислорода или атомом серы, или группой -NR-, в которой R представляет собой атом водорода или алкильную группу, содержит от 2 до 8 атомов - членов цепи, предпочтительно - от 2 до 6 атомов в цепи, и любая арильная часть любого из заместителей с R^1 по R^6 содержит 6, 10 или 14 атомов углерода, предпочтительно - 6 или 10 атомов углерода, и в которых каждая необязательно замещаемая группа, независимо, замещается одним или несколькими атомами галогена, или нитрогруппами, цианогруппами, алкильными, предпочтительно - C_{1-6} -алкильными группами, галогеналкильными, предпочтительно - C_{1-6} -галогеналкильными, группами, алкоксигруппами, предпочтительно - C_{1-6} -алкоксигруппами, галогеналкоксигруппами, предпочтительно - C_{1-6} -галогеналкоксигруппами, необязательно замещенными аминогруппами, формильными группами, алкоксикарбонильными, предпочтительно - C_{1-6} -алкоксикарбонильными группами, карбоксильными, фенильными или галоген- или дигалогенфенильными группами. Необязательно замещенные аминогруппы включают аминогруппы замещенные одной или двумя группами, выбираемыми среди алкильных, арильных, циклоалкильных, циклоалкилалкильных, арилалкильных и аралкильных групп, в частности, алкиламино-, диалкиламино-, арилметиламино- и ариламино-

группы. Любая ацильная группа подразумевает формильную группу, необязательно замещенную алкилкарбонильную группу, и необязательно замещенную арилкарбонильную группу. Любая алкильная, алкенильная или алкинильная группа может быть линейной или разветвленной. Предпочтитель-

ными алкильными заместителями являются, по крайней мере, метил, этил, пропил, бутил и пентил. Предпочтительным арильным заместителем является фенильная группа. Подходящий атом галогена означает атом фтора, хлора или брома.

Изобретение, в частности, относится к соединениям общей формулы I, в которых Z представляет собой атом кислорода.

Изобретение относится, в особенности, к соединениям общей формулы I, в которых R^1 и R^2 , каждый и независимо, представляет собой атом водорода или C_{1-8} -алкил, C_{1-8} -алкенил, C_{1-8} -алкинил, C_{3-6} -циклоалкил, (C_{3-6} -циклоалкил)- C_{1-8} -алкил, C_{1-6} -алкоксигруппу, фенил, нафтил, фен- C_{1-6} -алкил, C_{1-8} -алкиламиногруппу, C_{1-6} -диалкиламиногруппу или фениламиногруппу, каждую (из этих) группу, необязательно замещенную одним или несколькими атомами галогена, или C_{1-4} -алкилами, C_{1-4} -галогеналкилами, C_{1-4} -алкоксигруппами, C_{1-4} -алкиламиногруппами, C_{1-4} -диалкиламиногруппами, циане- или фениламиногруппами, или R^1 и R^2 вместе представляют C_{2-6} -алкиленовую цепь, при условии, что только один из R^1 и R^2 представляет собой необязательно замещенную C_{1-6} -алкоксигруппу, C_{1-8} -алкиламиногруппу, C_{1-6} -диалкиламиногруппу или фениламиногруппу. Предпочтительно, R^1 представляет собой C_{1-6} -алкил, C_{1-4} -алкенил, C_{1-6} -алкинил, C_{3-6} -циклоалкил, фенил, бензил, C_{1-4} -алкиламиногруппу, C_{1-4} -диалкиламиногруппу или фениламиногруппу, каждая из которых необязательно замещена одним или несколькими атомами фтора, хлора или брома, в особенности - атомами фтора или хлора, или цианогруппами, C_{1-4} -алкилами или C_{1-4} -алкоксигруппами, и R^2 представляет собой атом водорода или C_{1-4} -алкильную группу.

Настоящее изобретение относится, в особенности, к соединениям общей формулы I, в которых R^3 представляет собой метильную группу, метоксигруппу, метилтиогруппу или диметиламиногруппу, предпочтительно - метильную группу. Заместитель /заместители/ R^3 могут присутствовать в любом свободном положении или в сочетании положений пиридинного кольца. Предпочтительным положением является положение 4.

Настоящее изобретение также особенно относится к соединениям общей формулы I, в которых R^4 , R^5 и R^6 , каждый и независимо, представляют собой атом водорода, цианогруппы или C_{1-4} -алкил, C_{3-6} -циклоалкил, C_{1-4} -ацил, C_{1-4} -алкенил, фенил или нафтил, каждую группу, необязательно замещенную одним или несколькими атомами галогена, в особенности - атомами фтора, или C_{1-4} -алкилами, C_{1-4} -галогеналкильными группами, C_{1-4} -алкоксигруппами, C_{1-4} -алкиламиногруппами, C_{1-4} -

диалкиламиногруппами или ариламиногруппами, при условии, что R^4 не является цианогруппой или необязательно замещенной C_{1-4} -ацильной группой.

Изобретение относится также, в особенности, к соединениям общей формулы I, в которых R^4 представляет собой атом водорода, C_{1-4} -алкильную

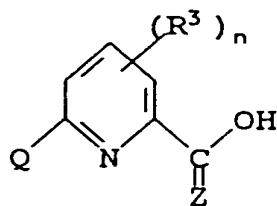
группу или фенильную группу, необязательно замещенную атомом галогена, R^5 представляет собой атом водорода или C_{1-6} -алкильную или фенильную группу, каждую из перечисленных групп, необязательно замещенную одним или несколькими атомами галогена, в особенности - атомами фтора, или представляет собой C_{3-6} -циклоалкильную группу, и R^6 представляет собой атом водорода или C_{1-4} -алкильную группу, необязательно замещенную одним или несколькими атомами галогена.

Настоящее изобретение относится, в особенности, к соединениям общей формулы I, в которых n равен 0 или 1.

Особенно предпочтительной подгруппой соединений общей формулы I является подгруппа таких соединений, в которых R^1 представляет собой метил, этил, пропил, аллил, бутил, пентил, включая неопентил, метилаллил, пропинил, диметилпропинил, метоксиэтил, цианометил, циклопропил, циклобутил, циклопентил, хлорэтил, трифторэтил, циклопропилметил, дихлорциклопропилметил, трет-бутоксигруппу, фенил, фторфенил, дифторфенил, трифторэтиламиногруппу, бутиламиногруппу, диметиламиногруппу, фениламиногруппу или фторфениламиногруппу. Другой особенно предпочтительной подгруппой соединений общей формулы I является подгруппа, в соединениях которой R^2 представляет собой водород, метил, этил, пропил, бутил, фенил или циклопропилметил, или в которых R^1 и R^2 вместе образуют этиленовую цепь.

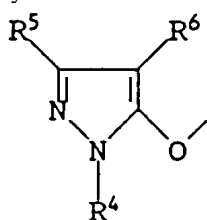
Также предпочтительными подгруппами соединений общей формулы I являются такие, в соединениях которых R^4 представляет собой метил, этил или фенил, R^5 представляет собой водород, метил, трифторметил, этил, пропил, бутил, фенил или циклопропил) и в которых R^6 представляет собой водород или метил.

Настоящее изобретение также предлагает способ получения соединений общей формулы I, определение которым дается выше, и упомянутый способ включает взаимодействие соединения общей формулы II, или его активированной формы,

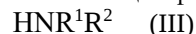


9

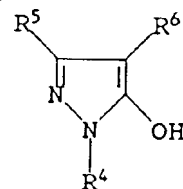
в которой R^3 и n имеют установленные выше значения, и Q представляет собой отщепляющуюся группу или группу



в которой заместители имеют установленные выше значения, с соединением общей формулы III



в которой заместители имеют установленные выше значения, и, в случае, когда Q представляет собой отщепляющуюся группу, включает последующее взаимодействие полученного продукта с соединением общей формулы



в которой заместители имеют установленные выше значения, в то время, как в случае, когда R^1 и/или R^2 представляют собой атомы водорода, этот атом водорода может быть обменян на другой заместитель, в пределах определения R^1 и/или R^2 , путем взаимодействия с подходящим агентом, таким как алкилирующий агент.

Отщепляющаяся группа представляет собой любую группу, которая будет, в условиях реакции, отщепляться от исходного вещества, создавая, таким образом, возможность замещения в этом определенном месте. Подходящей отщепляющейся группой Q может являться атом галогена, например, атом брома или, особенно, атом хлора, алкоксигруппа, особенно - C_{1-4} -алкоксигруппа, в особенности - метоксигруппа, алкил- или арилсульфониевая группам в особенности - C_{1-6} -алкил, фенил- или толилсульфониевая группа, или алкил- или арилсульфокислотная группа, в особенности - C_{1-6} -алкил- фенил- или толилсульфокислотная группа.

Активированные производные соединений общей формулы II представляют собой соединения, в которых гидроксильная часть кислотной функциональной группы замещена подходящей отщепляющейся группой, например, атомом галогена, например - атомом брома, или, в особенности, атомом хлора, алкоксигруппой, например, C_{1-4} -алкоксигруппой, в особенности - метоксигруппой, или имидазольной группой.

Способ удобно осуществлять в присутствии органического растворителя, например, диметилформамида или диметилсульфоксида, или в присутствии ароматического углеводорода, например, бензола или толуола, или галогенированного углеводорода, например, дихлорметана, или простого

330

10

эфира, например, диэтилового эфира, или в присутствии сложного эфира, например, этилацетата.

Подходящим образом способ осуществляется при температуре в интервале от 0° до 100°C , предпочтительно - при температуре кипения реакционной смеси, и, соответственно в присутствии основания, например, гидроксида калия, и медного катализатора, такого как хлорид меди (I).

Подходяще осуществлять реакцию, используя, по существу, эквимольные количества реагентов.

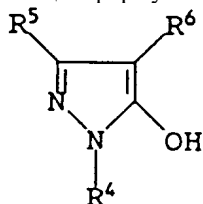
Однако, может быть выгодно применять избыток одного из реагентов.

Соединения общей формулы I, в которых Z представляет собой атом серы, получают подходящим образом путем взаимодействия соединения общей формулы I, или его предшественника с последующими дополнительными одной или несколькими реакциями, в котором Z представляет собой атом кислорода, с пентасульфидом фосфора в стандартных условиях реакции, например, при нагревании, подходяще - до кипения, в присутствии инертного органического растворителя, например, бензола, толуола, пиридина или хинолина.

Соединения настоящего изобретения могут быть выделены и очищены обычными техническими приемами, например, экстракцией растворителем, выпариванием с последующей перекристаллизацией, или хроматографией, например, на оксиде кремния или на оксиде алюминия.

Конверсия полученного в результате соединения общей формулы I в другое соединение общей формулы I может быть осуществлена, подходящим образом, путем взаимодействия с галоидным алкилом. Подходящим галоидным алкилом является йодистый алкил, бромистый алкил или хлористый алкил.

Соединение общей формулы



в котором заместители имеют упомянутые выше значения, является либо коммерчески доступным, либо может быть получено описанными в литературе способами, например, как в J. Het. Chem. 28, (1991), p. 1971 ff, и в J. Het. Chem, 27 (1990) p. 243 ff. В случае синтеза хлорпиколиновой кислоты следует обратиться к J. Pharm Beld. 35, (1980), 5 - 11.

Взаимодействие соединений, полученных реакцией соединений общей формулы II, в который Q представляет собой отщепляющуюся группу, с замещенным гидроксипиразолом осуществляют подходящим образом в присутствии органического растворителя, например, диметилформамида или диметилсульфоксида, или в присутствии ароматического углеводорода, например, бензола или толуола, или галогенированного углеводорода, например, дихлорметана, или в присутствии простого эфира, например, диэтилового эфира, или сложного эфира, например, этилацетата. Процесс удобно

11

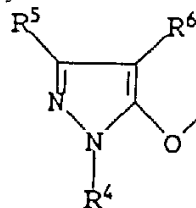
осуществлять при температуре в интервала от 0° до 100°C, предпочтительно - при температуре кипения реакционной смеси, и, подходяще, в присутствии основания, например, гидроксида калия, и медного катализатора, такого как хлорид меди (I).

Активированные производные соединений общей формулы II могут быть получены из соответствующих кислот стандартными способами

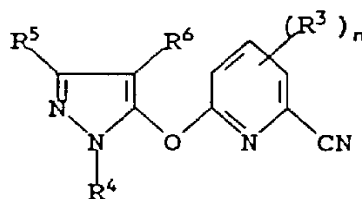
получения, например, сложных эфиров, используя, например, спирты и кислотные катализаторы или тионил-хлорид, или хлорангидридов и бромангидридов кислот, с использованием, например, тионилхлорида или тионилбромид, или имидазольных производных, с использованием, например, карбонилдиимидазола. Сами кислоты могут быть получены стандартными способами из хлорпиколиновой кислоты или ее сложных эфиров.

Замещенные амины общей формулы III либо являются известными соединениями, либо могут быть получены стандартными техническими приемами.

Соединения общей формулы II, в которых Z представляет собой атом кислорода, и Q представляет собой группу



(далее определяемая как соединение общей формулы VI), могут быть получены, подходящим образом, путем гидролиза соединений общей формулы V



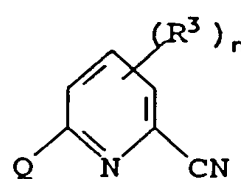
в которых заместители с R3 по R6 и n имеют установленные выше значения. Это взаимодействие осуществляют в присутствии растворителя, такого как вода или этиленгликоль, с использованием в качестве реагентов кислот, таких как хлористоводородная кислота, серная кислота, или оснований, таких как гидроксид калия или натрия, при температуре в интервале 0 - 150°C.

Обнаружено, что соединения общей формулы V проявляют гербицидную активность, и они составляют еще один аспект изобретения.

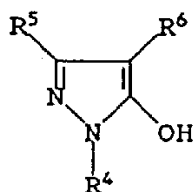
Соединения общей формулы V могут быть получены взаимодействием соединения общей формулы

330

12



в которой Q имеет установленные выше значения, с соединением общей формулы



в которой заместители имеют установленные выше значения.

Процесс осуществляется подходящим образом в присутствии органического растворителя, например, диметилформамида, предпочтительно - при температуре кипения реакционной смеси, и, подходящим образом, в присутствии основания, например, карбоната калия.

Обнаружено, что соединения настоящего изобретения обладают удивительно высокой гербицидной активностью с широким спектром действия против злаковых и, в особенности, широколистных сорняков. Найдено, что соединения, упоминаемые в качестве примеров, показывают спелективность по отношению к зерновым культурам, например, маису, пшенице, ячменю и рису, и по отношению к широколистным культурам, например, сое, подсолнечнику и хлопчатнику, указывая, что такие соединения могут быть полезны при борьбе с сорняками, произрастающими среди таких культур.

Изобретение также предлагает гербицидную композицию, содержащую соединение формулы I или соединение формулы V, определение которым дается выше, в сочетании с носителем, и способ изготовления такой композиции, который включает приведение соединения формулы I или соединения формулы V в смесь с носителем.

Настоящее изобретение также предлагает применение в качестве гербицида соединения или композиции, соответствующих изобретению. Кроме того, в соответствии с изобретением предлагается способ борьбы с нежелательной растительностью в локусе посредством обработки локуса соединением или композицией по настоящему изобретению. Применение в локусе может быть довсходовым или послевсходовым. Дозировка применяемого активного ингредиента может находиться, например, в интервале от 0,01 до 10 кг/га, подходяще - от 0,05 до 4 кг/га. Локус может представлять собой, например, почву или растения на участке с культурными растениями, причем типичными культурами являются зерновые, такие как пшеница и ячмень, и широколиственные культуры, такие как соя, подсолнечник и хлопчатник.

Носитель в композиции по изобретению представляет собой любое вещество, которое вводят в формулировку с активным ингредиентом, для облегчения применения при обработке в локусе, который может представлять собой, например, растение, семена, или почву, или для облегчения хранения, транспортировки или обращения с активным ингредиентом. Носитель может представлять собой твердое или жидкое вещество, включая материал, который при нормальных условиях является газообразным, но который может быть сжат до формы

жидкости, и может использоваться любой из носителей, которые обычно используются при формулировании гербицидных композиций. Композиции по изобретению, предпочтительно, содержат от 0,5 до 95 вес.% активного ингредиента.

Подходящие твердые носители включают природные и синтетические глины и силикаты, например, природные кремнезёмы, такие как диатомовые земли; силикаты магния, например, тальки; алюмосиликаты магния, например, аттапульгиты и вершикулиты; силикаты алюминия, например, каолиниты, монтмориллониты и слюды; карбонат кальция; сульфат кальция; сульфат аммония; синтетические кремниевые кислоты и синтетические силикаты кальция или магния; элементарные вещества, например, углерод и серу; природные и синтетические смолы, например, кумароновые смолы, поливинилхлорид и полимеры и сополимеры стирола; твердые полихлорфенолы; битум; воски и твердые удобрения, например, суперфосфаты.

Подходящие жидкие носители включают воду; спирты, например, изопропанол и гликоли, кетоны, например, ацетон, метилэтилкетон, метилизобутилкетон и циклогексанон; простые эфиры: ароматические или алифатические углеводороды, например, бензол, толуол и ксилол; нефтяные фракции, например, керосин и легкие минеральные масла; хлорированные углеводороды, например, четыреххлористый углерод, перхлорэтилен и трихлорэтан. Часто подходящими являются смеси различных жидкостей.

Композиции для сельского хозяйства часто формулируют и перевозят в концентрированной форме, которая впоследствии разбавляется потребителем перед применением. Присутствие небольшого количества носителя, который является поверхностно-активным веществом облегчает этот процесс разбавления. Поэтому предпочтительно, чтобы по крайней мере один носитель в композиции по изобретению представлял собой поверхностно-активное вещество. Например, композиция может содержать по крайней мере два носителя, по крайней мере один из которых является поверхностно-активным агентом.

Поверхностно-активный агент может представлять собой эмульгатор, диспергатор или смачиватель; он может быть неионогенным или ионогенным. Примеры подходящих - поверхностно-активных агентов включают натриевые или кальциевые соли полиакриловых кислот и лигнинсульфоновых кислот; продукты конденсации жирных кислот или алифатических аминов, или амидов, содержащих по крайней мере 12 атомов углерода в молекуле, с этиленоксидом и/или пропиленоксидом; эфиры жирных кислот и глицерина, сорбита, сахарозы или пентаэритрита; конденсаты этих соединений с этиленоксидом и/или пропиленоксидом; продукты конденсации жирных спиртов или алкилфенолов, например, п-октилфенола или п-октилкрезола, с этиленоксидом и/или пропиленоксидом; сульфаты или сульфонаты таких продуктов конденсации; соли щелочных или щелочноземельных металлов, предпочтительно - натриевые соли сложных эфи-

ров серной или сульфоновых кислот, содержащих по крайней мере 10 атомов углерода в молекуле, например, лаурилсульфат натрия, вторичные алкилсульфаты натрия, натриевые соли сульфированного касторового масла и натрийалкиларилсульфонаты, такие как додецилбензолсульфонат натрия; и полимеры этиленоксида и сополимеры этиленоксида и пропиленоксида.

Композиции изобретения могут быть составлены, например, в виде смачивающихся порошков, дустов, гранул, растворов, эмульгирующихся концентратов, эмульсий, концентратов суспензий и аэрозолей. Смачивающиеся порошки содержат, как правило, 25, 50 или 75 вес.% активного ингредиента, и содержат обычно, кроме твердого инертного носителя, 3 - 10 вес.% диспергатора и, при необходимости, 0 - 10 вес.% стабилизатора (стабилизаторов), и/или другие добавки, такие как проникающие вещества или загустители. Дусты обычно составляют в виде концентрата дуста, имеющего состав, подобный составу смачивающегося порошка, но без диспергатора, и разбавляют в поле другим твердым носителем, чтобы получить композицию, содержащую обычно 0,5 - 10 вес.% активного ингредиента. Гранулы обычно готовят, чтобы получить размер гранул от 10 до 100 меш. /BS/ (1,676 - 0,152 мм), и могут быть произведены с помощью технических приемов агломерации или импрегнирования. Как правило, гранулы будут содержать 0,5 - 75 вес. % активного ингредиента и 0 - 10 вес.% добавок, таких как стабилизаторы, поверхностно-активные вещества, слабые антиадгезионные модификаторы и связующие. Так называемые "сухие сыпучие порошки" состоят из относительно небольших гранул, имеющих относительно высокое содержание активного ингредиента. Эмульгируемые концентраты обычно содержат, кроме растворителя и, когда необходимо, соразтворителя, 10 - 50% (в/о) активного ингредиента, 2 - 20% (в/о) эмульгаторов и 0 - 20% (в/о) других добавок, таких как стабилизаторы, проникающие вещества и ингибиторы коррозии. Концентраты суспензий обычно составляют таким образом, чтобы получить устойчивый, неоседающий текучий продукт, который обычно содержит 10 - 75% вес.% активного ингредиента, 0,5 - 15 вес.% диспергирующих агентов, 0,1 - 10 вес.% суспендирующих веществ, таких как защитные коллоиды и тиксотропные вещества, 0 - 10 вес.% других добавок, таких как противовспенивающие вещества, ингибиторы коррозии, стабилизаторы, проникающие вещества и загустители, и воду или органическую жидкость, в которой активный ингредиент, по существу, не растворяется;

могут присутствовать некоторые твердые органические или неорганические соли в растворенном виде в формулировках, чтобы содействовать предупреждению седиментации или в качестве антифризов для воды.

Водные дисперсии и эмульсии, например, композиции, полученные путем разбавления водой смачивающегося порошка или концентрата по

изобретению, также входят в объем изобретения. Упомянутые эмульсии могут представлять собой эмульсии типа вода-в-масле или масло-в-воде, и могут иметь густую, "майнезоподобную" консистенцию.

Композиция изобретения может также содержать другие ингредиенты, например, соединения, обладающие инсектицидными или фунгицидными свойствами, или другие гербициды.

Изобретение иллюстрируют следующие далее примеры: примеры с 1 по 9 иллюстрируют получение промежуточных соединений общей формулы IV; примеры с 41 по 52 иллюстрируют получение промежуточных соединений общей формулы V; примеры с 53 по 59 иллюстрируют получение промежуточных соединений общей формулы VI; и примеры с 10 по 40 и с 60 по 177 иллюстрируют получение соединений общей формулы I. Все структуры подтверждаются масс-спектроскопией и/или $^{300}\text{H-NMR}$.

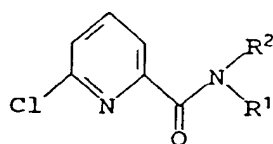
Пример 1

Получение N-(4-фторфенил)-2-хлор-6-пиридинкарбоксамиды

Перемешивают 6-хлорпиколиновую кислоту (25 г) и 50 мл тионилхлорида, и кипятят с обратным холодильником в течение двух часов. Избыток тионилхлорида упаривают под вакуумом, и к оставшемуся 6-хлорпиколиноилхлориду добавляют 200 мл диэтилового эфира. Добавляют при перемешивании раствор 18,5 г 4-фторанилина в 20 мл диэтилового эфира, поддерживая температуру на уровне ниже 20°. После этого добавления реакционную смесь перемешивают в течение ночи при температуре окружающей среды. К реакционной смеси добавляют 100 мл воды, и отделяют органический слой. После последующего промывания водой и сушки безводным сульфатом магния растворитель удаляют под вакуумом, и получают названное в заголовке соединение (30 г, 75%) в виде светлокорицевого твердого вещества с т. пл. 98°.

Примеры со 2 по 9

Способами, аналогичными способу примера 1, получают другие соединения общей формулы I путем взаимодействия соединений общей формулы III с 6-хлорпиколиновой кислотой. Подробности приводятся в табл. 1.



При- мер №	R ¹	R ²	Т.пл. (°C)	Выход (%)
2	фенил	H	90	87
3	2-F-фенил	H	88	91
4	CH ₂ CF ₃	H	82	95
5	изо-C ₃ H ₇	H	масло	82
6	циклопропил	H	77	71
7	C ₂ H ₅	H	масло	88
8	2,4-F ₂ -фенил	H	102	69
9	фенил	C ₂ H ₅	масло	52

Пример 10

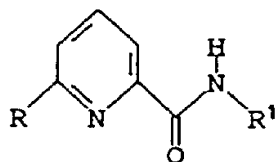
Получение N-(4-фторфенил)-2-(1'-3'-диметилпиразол-5'-ил-окси)-6-пиридинкарбок-
самида

К раствору 1,1 г гидроксида калия в 40 мл метанола добавляют 2,2 г 1,3-диметил-5-гидроксипиразола. Растворитель испаряют под вакуумом после добавления толуола, и получают безводную калиевую соль. Остаток растворяют в 15 мл безводного R,N-диметилформамида. После добавления 5 г N-(4-фторфенил)-2-хлор-6-пиридинкарбоксамида и 0,2 г CuCl смесь кипятят с обратным холодильником в течение 6 часов. После охлаждения реакционную смесь выливают в 200 мл воды и 200 мл этилацетата. Органический слой отделяют, и водную фазу экстрагируют еще раз этилацетатом. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом магния, и растворитель удаляют под вакуумом. Сырой продукт очищают колоночной флэш-хроматографией на силикагеле, используя смесь гексана с этилацетатом (7:3). Названное в заголовке соединение получают в виде белого твердого вещества (2 г, 31%), т. пл. 114°.

Примеры с 11 по 40

Способами, аналогичными способу примера 10, получают другие соединения общей формулы I путем взаимодействия соединений общей формулы IV с замещенными 5-гидроксипиразолами. Подробности приводятся в табл. II.

Таблица II



При- мер №	R	R ¹	R ²	Т.пл. (°C)	Вы- ход (%)
11	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	фенил	H	115	62
12	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	2-F-фенил	H	119	28
13	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃	H	105	34

Продолжение таблица

14	1-CH ₃ -3-н-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	изо-C ₃ H ₇	H	масло	83
15	1-CH ₃ -3-н-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	циклопропил	H	56	80
16	1-CH ₃ -3-н-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	H	масло	41
17	1-CH ₃ -3-н-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил	H	100	78
18	1-CH ₃ -3-н-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	фенил	H	115	80
19	1-CH ₃ -3-н-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃	H	84	74
20	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил	H	95	67
21	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃	H	81	61
22	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	фенил	H	109	78
23	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	циклопропил	H	95	35
24	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	H	104	92
25	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	изо-C ₃ H ₇	H	масло	59
26	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	H	масло	30
27	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	CH ₂ C(CH ₃)=CH ₂	H	51	43
28	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	H	105	88
29	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил	H	97	81
30	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	фенил	H	112	80
31	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	циклопропил	H	64	30
32	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	изо-C ₃ H ₇	H	масло	82
33	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	H	57	56
34	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃	H	78	47
35	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	CH ₂ C(CH ₃)=CH ₂	H	масло	76
36	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	CH ₂ C(CH ₃)=CH ₂	H	38	32
37	1-CH ₃ -3-изо-циклопропил-пиразол-5-илокси	4-F-фенил	H	139	45
38	1-CH ₃ -3-н-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	фе-нил	69	40
39	1-CH ₃ -3-C ₂ H ₅ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	фе-нил	83	40
40	1-CH ₃ -3-изо-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	фе-нил	62	44

Примеры с 11 по 40

Получение 2-(1'-3'-диметилпиразол-5-илокси)пиридин-6-карбонитрила

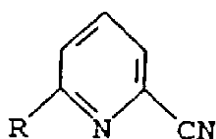
К суспензии 7,7 г 2-хлор-6-цианопиридина (55 ммоль) и 7,6 г K₂CO₃ (55 ммоль) в 50 мл, N,N-диметилформамида добавляют 5,6 г 1,3-диметил-5-гидроксипиразола (50 ммоль), и кипятят с обратным холодильником при энергичном перемешивании в течение 5 часов. После охлаждения смесь выливают в воду (100 мл), и водный слой экстраги-

руют 3 раза этилацетатом - каждый раз по 100 мл. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом магния, и растворитель удаляют под вакуумом. Остаток очищают колоночной флэш-хроматографией на силикагеле, используя смесь гексана с этилацетатом (7:3). Названное в заголовке соединение получают после перекристаллизации из изопропанола в виде белых кристаллов (5,9 г, 55%) с т. пл. 95°C.

Примеры с 42 по 52

Способами, аналогичными способом примера 41, получают другие соединения общей формулы V путем взаимодействия замещенных 5-гидроксипиразолов с 2-хлор-6-цианопиридином. Подробности приводятся в табл. III.

Таблица III



При- мер №	R	Т.пл. (°C)	Выход (%)
42	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	112	72
43	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	109	66
44	1-(Cl-фенил)-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	95	24
45	1-CH ₃ -3-н-С ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	80	64
46	1-CH ₃ -3-трет-С ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	81	82
47	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	109	58
48	1,3-(фенил) ₂ -пиразол-5-илокси	124	18
49	1-фенил-3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	165	62
50	1-фенил-3,4-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	82	34
51	1,3,4-(CH ₃) ₃ -пиразол-5-илокси	92	64
52	1-С ₂ H ₅ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	95	83

Пример 53

Получение 2-(1', 3'-диметилпиразол-5-илокси)пиридин-6-карбоновой кислоты

Суспендируют 2(1', 3'-диметилпиразол-5-илокси)пиридин-6-карбонитрил (25 г 0,11 ммоль)

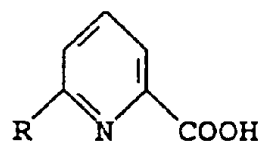
(из примера 41) в концентрированной соляной кислоте (100 мл), и кипятят с обратным холодильником в течение 30 минут. После охлаждения смесь разбавляют 400 мл воды, чтобы осадить названное в заголовке соединение в виде белого твердого вещества (14,1 г, 52%) т. пл. 182°C.

Примеры с 54 по 59

Способами, аналогичными способом примера 53, получают другие соединения общей формулы

VI, путем гидролиза соединений общей формулы V. Подробности приводятся в табл. IV.

Таблица IV



При- мер №	R	Т.пл. °C	Выход %
54	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	161	40
55	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	161	50
56	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	156	50
57	1-фенил-3-н-С ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	165	50
58	1-CH ₃ -3-трет-С ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	145	25
59	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	163	67

Пример 60

Получение N-(4-фторфенил)-2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)-6-пиридинкарбоксамида (способ А)

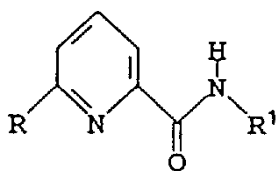
Кипятят с обратным холодильником 2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)пиридин-6-карбоновую кислоту (2,9 г, 10 ммоль) (из примера 54) в тионилхлориде в течение 30 минут. Избыток тионилхлорида испаряют под вакуумом, и к остатку добавляют ацетонитрил (30 мл). При перемешивании, при температуре окружающей среды, добавляют раствор 4-фторанилина (1,1 мл, 11 ммоль) и триэтиламина (3 мл), и смесь оставляют на ночь. Растворитель испаряют под вакуумом, и остаток снова растворяют в этилацетате (50 мл). После экстрагирования разбавленным водным раствором гидроксида натрия органический слой сушат безводным сульфатом магния. Растворитель удаляют под вакуумом, и сырой продукт очищают колоночной флэш-хроматографией на силикагеле, используя смесь гексана и этилацетата (1:1). Названное в заголовке соединение получают в виде белого твердого вещества (2,9 г, 76%), т. пл. 136°C.

Примеры с 61 по 109

Способами, аналогичными способом примера 60, получают

другие соединения общей формулы I, в которых R² представляет собой водород, путем конверсии соединений общей формулы VI в их активированные производные, и последующим взаимодействием с соединениями общей формулы III. Подробности приводятся в табл. V.

Таблица V



При- мер №	R	R¹	Т.пл. (°C)	Вы- ход (%)
61	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	3-F-фенил	140	16
62	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	фенил	127	55
63	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	3-F-фенил	153	71
64	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CH=CH ₂	масло	64
65	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃	масло	69
66	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил	150	75
67	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	n-C ₃ H ₇	86	63
68	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	изо-C ₃ H ₇	83	84
69	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	изо-C ₄ H ₉	84	83
70	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	втор-C ₄ H ₉	57	56
71	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CH ₂ Cl	103	34
72	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CN	151	36
73	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	циклопентил	119	45
74	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CH ₂ OCH ₃	60	58
75	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	C(CH ₃) ₂ C=CH	64	68
76	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₃	92	35
77	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	2',2'-Cl ₂ -циклопропил-CH ₂	109	69
78	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ C-SH	86	62
79	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	89	54
80	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	фенил	199	12
81	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил	135	63
82	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	циклопропил	112	14
83	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	n-C ₄ H ₉	67	56
84	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	n-C ₅ H ₁₁	62	51
85	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	3,4-F ₂ -фенил	140	60

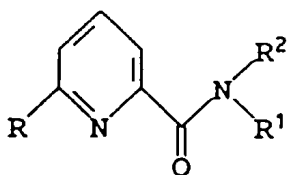
88	илокси 1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	(CH ₃) ₃ CH ₂ CF ₃	93	39
89	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	втор-C ₄ H ₉	68	9
90	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	изо-C ₃ H ₇	82	6
91	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃	147	50
92	1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	104	58
93	1-CH ₃ -3-n-C ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	120	39
94	1,3,4-(CH ₃) ₃ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	125	46
95	1,3,4-(CH ₃) ₃ -пиразол-5-илокси	циклопропил	масло	14
96	1,4-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	132	41
97	1-C ₂ H ₅ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	116	65
98	1-C ₂ H ₅ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	фенил	126	41
99	1-C ₂ H ₅ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	циклопропил	80	52
100	1-C ₂ H ₅ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	втор-C ₄ H ₉	масло	63
101	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	циклопропил-CH ₂	78	71
102	1-C ₂ H ₅ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	циклобутил	45	27
103	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	циклобутил	93	40
104	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ C(CH ₃)=CH ₂	масло	67
105	1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	циклопропил	масло	73
106	1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	изо-C ₃ H ₇	масло	76
107	1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅	масло	26
108	1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	фенил	104	40
109	1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил	133	54

Примеры со 110 по 114

Способами, аналогичными способу примера 60, получают другие соединения общей формулы I путем конверсии соединений общей формулы VI в их активированные производные и дальнейшим взаимодействием с соединениями общей формулы III. Подробности приводятся в табл. VI.

Продолжение таблицы

86	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	трет-C ₄ H ₉ O	108	12
87	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂	89	43



При- мер №	R	R ¹ /R ²	Т.пл. (°C)	Вы- ход (%)
110	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₃ /CH ₃	масло	57
111	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅ / C ₂ H ₅	74	44
112	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	-CH ₂ CH ₂ - (цикло)	71	21
113	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	n-C ₃ H ₇ / циклопро- пил-CH ₂	масло	64
114	1-CH ₃ -3-трет-C ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅ / фенил	85	24

Пример 115

Получение N-(3-фторфенил)-2-(1', 3'-диметилпиразол-5-илокси)-6-пиридинкарбоксамида /способ В/

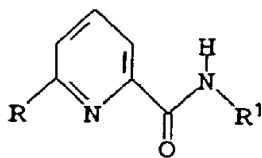
К раствору 2-(1', 3'-диметилпиразол-5-илокси)-пиридин-6-карбоновой кислоты (2,2 г, 9,6 ммоль) (из примера 53) в безводном тетрагидрофуране (20 мл) добавляют карбонилдимидазол (1,6 г, 10,6 ммоль), и перемешивают в течение 30 минут, поддерживая температуру до 40°C. Добавляют 3-фторанилин (1,1 мл, 10,6 ммоль), и реакционную смесь нагревают до 50°C. После выдержки в течение 2 часов при этой температуре прозрачную смесь выливают в воду (100 мл) и трижды экстрагируют этилацетатом (каждый раз по 50 мл). Объединенные экстракты сушат над безводным сульфатом магния, и растворитель удаляют под вакуумом. Сырой продукт очищают колоночной флэш-хроматографией на силикагеле, используя смесь гексана с этилацетатом (1:1). Названное в заголовке соединение получают в виде белого твердого вещества (1,7 г, 54%), т. пл. 110°C.

Примеры со 116 по 126

Способами, аналогичными способу примера 115, получают другие соединения общей формулы I, в которых R представляет собой водород, осуществляя конверсию соединений общей формулы VI в их активированные производные, и вводя их затем во взаимодействие с соединениями общей формулы NH₂R¹. Подробности приводятся в табл. VII.

Таблица VII

23



При- мер	R	R ¹	Т.пл. (°C)	Вы- ход
-------------	---	----------------	---------------	------------

№				(%)
116	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	цикло-пропил	117	76
117	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	цикло-пропил	106	46
118	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил	114	54
119	1-CH ₃ -3-фенил-пиразол-5-илокси	4-F-фенил	131	44
120	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	3-F-фенил	134	70
121	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CH=CH ₂	76	22
122	1-CH ₃ -3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	изо-C ₄ H ₉	93	26
123	1-CH ₃ -3-фенил-пиразол-5-илокси	n-C ₃ H ₇	масло	21
124	1-фенил-3,4-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	фенил	76	48
125	1-фенил-3,4-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил	147	77
126	1-CH ₃ -3-фенил-пиразол-5-илокси	CH ₂ CH=CH ₂	масло	25

Пример 127

Получение N-(4-фторфенил)-N-метил-2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)-6-пиридинкарбоксамида

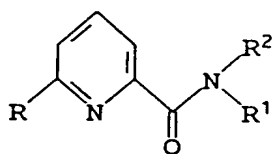
Гидрид натрия (0,12 г, 3 ммоль) добавляют при перемешивании к раствору N-(4-фторфенил)-2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)-6-пиридинкарбоксамида (114 г, 3 ммоль) (из примера 60) в безводном тетрагидрофуране (10 мл). После прекращения выделения газа добавляют йодистый метил (0,37 мл, 6 ммоль), и смесь кипятят с обратным холодильником в течение 10 минут. После охлаждения смесь выливают в воду (50 мл) и этилацетат (50 мл). Органический слой отделяют, и водную фазу экстрагируют дополнительно этилацетатом (50 мл). Объединенные экстракты сушат над безводным сульфатом магния, и растворитель удаляют под вакуумом. Сырой продукт очищают колоночной флэш-хроматографией на силикагеле, используя смесь гексана и этилацетата (1:1). Названное в заголовке соединение получают в виде желтого стеклующегося (glassy) масла (0,8 г, 68%).

Примеры со 128 по 169

Способами, аналогичными способу примера 127, получают другие соединения общей формулы I, осуществляя конверсию соединений общей формулы I, в которых R² представляет собой водород. Подробности приводятся в табл. VIII.

24

Таблица VIII



При- мер №	R	R ¹ /R ²	Т.пл. (°C)	Вы- ход (%)
1	2	3	4	5
128	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	цикло-проп./CH ₃	масло	73
129	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	цикло-проп./CH ₃	масло	38
130	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	фенил/CH ₃	масло	45
131	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	3-F-фенил/CH ₃	масло	75
132	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил/CH ₃	масло	75
133	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	цикло-проп./CH ₃	масло	48
134	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил/CH ₃	масло	48
135	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил/C ₂ H ₅	78	56
136	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил/C ₂ H ₅	87	69
137	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	фенил/CH ₃	71	74
138	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	фенил/C ₂ H ₅	92	77
139	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	3-F-фенил/CH ₃	масло	61
140	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CH=CH ₂ /CH ₃	масло	71
141	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃ /CH ₃	масло	90
142	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃ /C ₂ H ₅	масло	70
143	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил/CH ₃	108	82
144	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	н-С ₃ H ₇ /CH ₃	масло	68
145	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	н-С ₃ H ₇ /C ₂ H ₅	масло	49
146	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	изо-С ₃ H ₇ /CH ₃	масло	76
147	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	изо-С ₃ H ₇ /C ₂ H ₅	масло	36
148	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	изо-С ₄ H ₉ /CH ₃	масло	73
149	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	изо-С ₄ H ₉ /CH ₂ CH ₃	масло	40
150	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	втор-С ₄ H ₉ /CH ₃	масло	47
151	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	втор-С ₄ H ₉ /C ₂ H ₅	масло	39
152	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил/C ₂ H ₅	100	46
153	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	2,4-F ₂ -фенил/C ₂ H ₅	масло	27
154	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	3-F-фенил/C ₂ H ₅	105	26
155	1-фенил-3-CH ₃ -пиразол-5-илокси	фенил/CH ₃	масло	34
156	1,3-(CH ₃) ₂ -пиразол-5-илокси	изо-С ₄ H ₉ /CH ₃	масло	44

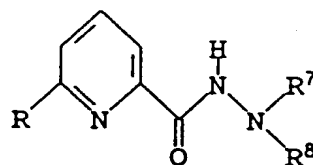
Продолжение таблицы

157	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	н-С ₃ H ₇ /н-С ₃ H ₇	73	65
158	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	C ₂ H ₅ /CH ₃	масло	30
159	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	2',2'-Cl-циклопропил/CH ₃	109	57
160	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	циклопентил/CH ₃	масло	68
161	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	CH ₂ CF ₃ /CH ₃	масло	69
162	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	фенил/CH ₃	142	70
163	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	фенил/C ₂ H ₅	115	51
164	1-CH ₃ -3-трет-С ₄ H ₉ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил/CH ₃	масло	75
165	1-CH ₃ -3-н-С ₃ H ₇ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил/CH ₃	масло	79
166	1,3,4-(CH ₃) ₃ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил/CH ₃	116	40
167	1,3,4-(CH ₃) ₃ -пиразол-5-илокси	4-F-фенил/C ₂ H ₅	масло	41
168	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₃ /трет-С ₄ H ₉	81	32
169	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₂ CH=CH ₂ /фенил	71	42

Примеры со 170 по 175

Способами, аналогичными способу примера 60, получают другие соединения общей формулы I, в которых R² представляет собой водород, осуществляя взаимодействие соединений общей формулы H₂NNR⁷R⁸ с соединениями общей формулы VI. Подробности приводятся в табл. IX.

Таблица IX



При- мер №	R	R ⁷ /R ⁸	Т.пл. (°C)	Выход (%)
170	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	H/фенил	151	48
171	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	CH ₃ /CH ₃	101	18
172	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	H/CH ₂ CF ₃	146	42
173	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол-5-илокси	H/3-F-фенил	141	46
174	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	CH ₃ /CH ₃	72	20
175	1-CH ₃ -3-фенилпиразол-5-илокси	H/трет-С ₄ H ₉	110	5

Пример 176

Получение N-(4-фторфенил)-2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)-4-метил-6-пиридинкарбоксамида
(а) Получение 6-амино-2-бром-4-метилпиридина

К раствору 50г 2-метил-2-хлорметилоксирана в 23 мл концентрированной соляной кислоты при температуре ледяной бани добавляют раствор 27,4 г цианида натрия в 23 мл соляной кислоты. После перемешивания при такой температуре в течение 10 часов реакционную смесь нагревают до 40°C, и добавляют раствор 33,8 г цианида калия в 50 мл воды. Получившуюся в результате смесь нагревают до 50°C и перемешивают в течение 4 часов. После охлаждения раствор нейтрализуют и трижды экстрагируют 150 мл этилацетата (каждый раз). Объединенные органические слои сушат безводным сульфатом магния. Удаление растворителя дает 56,4 г /96%/ 1,3-дициано-2-метил-2-гидроксипропана. Это сырое вещество является достаточно чистым, чтобы непосредственно использовать при последующем замыкании цикла.

Осторожно, при температуре ледяной бани, добавляют к 39%-ному раствору бромистого водорода в ледяной уксусной кислоте 56,4 г 1,3-дициано-2-метил-2-гидроксипропана. Реакционную смесь затем перемешивают в течение 3 суток при температуре окружающей среды. Растворитель удаляют под вакуумом, и оставшееся масло приводят к pH 12 10-молярным водным раствором гидроксида натрия. Этот щелочной раствор экстрагируют три раза этилацетатом - каждый раз по 100 мл. Объединенные органические слои сушат сульфатом магния, и растворитель удаляют под вакуумом. Получают 56 г (66%) 6-амино-2-бром-4-метилпиридина в виде бесцветного твердого вещества с температурой плавления 99°C.

Элементный анализ: С вычисл.: 38,5 найдено: 38,3
Н вычисл.: 3,8 найдено: 3,6
N вычисл.: 15,0 найдено: 14,7

(b) Получение 2-бром-6-хлор-4-метилпиридина

Раствор 56 г 6-амино-2-бром-4-метилпиридина в 500 мл

концентрированной соляной кислоты охлаждают до -50°C, и насыщают газообразным HCl через трубку для подачи газа. При непрерывном охлаждении добавляют постепенно раствор 25 г нитрита натрия в 60 мл воды. Реакционную смесь перемешивают еще в течение 2 часов при -50°C. Смеси позволяют нагреваться до температуры окружающей среды, и подщелачивают 50%-ным водным раствором гидроксида натрия. Водную фазу экстрагируют три раза дихлорметаном, каждый раз беря по 200 мл. Объединенные экстракты сушат хлоридом кальция, и растворитель удаляют под вакуумом, получают 22,5 г (40%) 2-бром-6-хлор-4-метилпиридина в виде светлокоричневого твердого вещества с т. пл. 76°C.

27

Элементный анализ: С вычисл.: 34,9 найдено: 34,6
Н вычисл.: 2,4 найдено: 2,2
N вычисл.: 6,8 найдено: 6,9

(с) Получение 2-хлор-6-циано-4-метилпиридина

К раствору 20,7 г 2-бром-6-хлор-4-метилпиридина в 100 мл безводного N,N-диметилформамида добавляют 9,9 г цианида меди (I). Реакционную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 7 часов. После охлаждения смесь фильтруют через колонку с силикагелем с 500 мл этилацетата. Полученный раствор промывают насыщенным водным раствором хлорида натрия. Растворитель удаляют под вакуумом, и остаток очищают колоночной хроматографией на силикагеле, используя смесь гексана с этилацетатом (1:1). Получают 7,6 г (54%) названного в заголовке соединения в виде белого твердого вещества с т. пл. 133°C.

Элементный анализ: С вычисл.: 51,3 найдено: 50,9
Н вычисл.: 3,6 найдено: 3,5
N вычисл.: 19,9 найдено: 19,7

(d) Получение 2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)-6-циано-4-метилпиридина

Смешивают 7,6 г 2-бром-6-циано-4-метилпиридина, 9 г 1-метил-3-трифторметил-5-гидроксипиразола и 9,7 г карбоната калия в 30 мл N,N-диметилформамида, и кипятят с обратным холодильником в течение 5 часов. После охлаждения реакционную смесь выливают в 300 мл воды, и водный слой экстрагируют этилацетатом три раза по 100 мл каждый раз. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом магния, и растворитель удаляют под вакуумом. Очистка колоночной хроматографией на силикагеле с использованием смеси гексана с этилацетатом (7:3) дает 8,1 г (50%) названного в заголовке соединения в виде светлокоричневого твердого вещества с т. пл. 88°C.

Элементный анализ: С вычисл.: 51,1 найдено: 51,0
Н вычисл.: 3,2 найдено: 3,0
N вычисл.: 19,8 найдено: 19,7

(e) Получение 2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)-4-метилпиридин-6-карбоновой кислоты

Перемешивают 100 мл концентрированной соляной кислоты с 7,6 г 2-(1'-метил-3'-трифторметилпиразол-5-илокси)-6-циано-4-метилпиридина, и кипятят с обратным холодильником в течение 6 часов. После охлаждения водную реакционную смесь экстрагируют дихлорметаном три раза по 100 мл. Объединенные экстракты сушат безводным хлоридом кальция. После удаления растворителя под вакуумом получают 6,3 г (77%) названного в заголовке соединения с т.пл. 168°C.

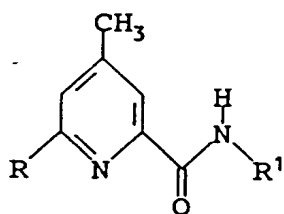
Элементный анализ: С вычисл.: 47,8 найдено: 47,6
Н вычисл.: 3,3 найдено: 3,3
N вычисл.: 14,0 найдено: 14,2

Упомянутый продукт (е) затем превращают в конечный продукт по методике примера 60. Детали, касающиеся упомянутого конечного продукта, а также относящиеся к другому соединению.

28

полученному аналогичным способом, приводятся в табл. X.

Таблица X



При- мер №	R	R ¹	Т.пл. (°C)	Выход (%)
176	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол- 5-илокси	4-F- фенил	154	56
177	1-CH ₃ -3-CF ₃ -пиразол- 5-илокси	цикло- пропил	110	33

Данные элементного анализа для упомянутых выше соединений приводятся ниже в табл. XI.

Таблица XI
Элементный анализ (%)

При- мер №	Вы- числ.	Най- дено	Вы- числ.	Най- дено	Вы- числ.	Най- дено
1	57.5	57.6	3.2	3.4	11.2	11.2
2	62.0	62.1	3.9	4.1	12.0	12.1
3	57.5	57.3	3.2	3.5	11.2	11.1
4	40.3	40.6	2.5	2.8	11.7	11.6
5	64.1	64.0	6.6	6.4	8.3	8.3
6	55.0	54.5	4.6	5.0	14.3	14.1
7	62.1	62.2	5.9	5.8	9.1	9.1
8	53.6	53.6	2.6	2.9	10.4	10.4
9	72.9	72.5	5.7	5.4	6.1	5.8
10	62.6	62.2	4.6	4.5	17.2	17.2
11	66.3	66.1	5.2	5.2	18.2	17.9
12	62.6	62.3	4.6	4.7	17.2	16.8
13	49.7	50.0	4.2	4.0	17.8	17.7
14	63.8	64.0	7.0	6.9	18.6	18.4
15	70.0	69.7	6.7	6.7	18.6	18.5
16	62.7	62.6	6.7	6.9	18.8	18.9
17	61.3	61.2	4.9	4.5	15.1	15.0
18	67.8	67.7	6.0	6.0	16.7	16.5
19	52.6	53.1	5.0	5.4	16.4	16.0
20	60.3	60.3	4.5	4.6	15.6	15.6
21	51.2	51.0	4.6	4.9	17.0	16.6
22	67.1	66.6	5.6	5.5	17.4	16.9
23	62.9	62.9	6.3	6.4	19.6	19.4
24	63.5	63.6	5.0	5.0	16.5	16.3
25	62.5	62.4	7.0	7.1	19.4	19.1
26	61.3	61.3	6.6	6.6	20.4	19.8
27	64.0	63.8	6.7	6.6	18.6	18.2
28	64.4	64.4	5.4	5.4	15.8	15.8
29	61.3	61.4	4.9	4.8	15.0	15.0
30	67.8	67.9	6.0	6.1	16.7	16.6
31	64.0	63.7	6.7	6.6	18.6	18.5
32	63.6	63.0	7.3	7.2	18.5	18.6
33	62.5	62.2	7.0	6.6	19.4	18.9
34	52.6	53.0	5.0	5.6	16.4	16.7
35	64.9	64.8	7.0	7.1	17.8	17.5
36	64.9	64.9	7.0	6.9	17.8	17.6
37	64.8	64.4	4.9	4.8	15.9	15.5
38	69.2	69.7	6.6	6.7	15.4	15.4
29						
39	68.4	68.4	6.6	6.3	15.9	15.9
40	69.2	68.9	6.6	6.2	15.4	15.3
41	61.7	62.0	4.7	4.9	26.1	26.5

Продолжение таблицы

42	49.3	49.0	2.6	2.6	20.9	20.8
43	69.6	70.0	4.4	4.5	20.3	20.3
44	61.8	62.3	3.6	3.3	18.0	18.1
45	64.4	64.0	5.8	5.6	23.1	23.2
46	65.6	65.5	6.3	6.2	21.9	21.9
47	69.6	69.4	4.4	4.4	20.3	20.0
48	74.5	74.2	4.2	4.2	16.6	16.4
49	58.2	58.2	2.7	2.8	17.0	16.7
50	70.2	70.3	5.0	4.9	19.0	19.3
51	63.2	63.0	5.3	5.6	25.5	25.4
52	51.1	50.9	3.2	3.6	19.8	19.4
53	56.6	56.1	4.7	4.4	18.0	17.8
54	46.0	46.2	2.8	2.7	14.6	14.6
55	65.1	64.7	4.5	5.0	14.2	14.4
56	65.1	64.7	4.4	4.6	14.2	13.9
57	66.0	66.0	4.9	4.9	13.6	13.6
58	61.1	61.0	6.2	6.2	15.3	15.4
59	48.0	47.6	3.4	3.2	14.0	13.8
60	53.7	53.4	3.2	3.0	14.7	14.8
61	76.3	76.0	5.1	5.2	11.8	11.7
62	56.4	56.2	3.6	3.9	15.5	15.6
63	53.7	54.0	3.2	3.4	14.7	14.8
64	51.5	52.0	4.0	4.2	17.2	17.1
65	42.4	42.8	2.7	2.9	15.2	15.3
66	51.3	50.9	2.8	2.9	14.1	14.0
67	51.2	50.8	4.6	4.7	17.1	17.0
68	51.2	51.0	4.6	4.8	17.1	17.2
69	52.6	52.6	5.0	5.1	16.4	16.2
70	52.6	52.7	5.0	5.1	16.4	16.3
71	44.8	44.8	3.5	3.5	16.1	15.8
72	48.1	47.2	3.1	3.3	21.5	21.0
73	54.2	54.0	4.8	4.8	15.8	15.6
74	48.8	48.8	4.4	4.3	16.3	16.1
75	54.5	54.1	4.3	4.3	15.9	15.2
76	48.1	48.1	3.7	3.7	18.7	18.5
77	44.1	43.9	3.0	3.3	13.8	13.6
78	51.9	51.8	3.4	3.5	17.3	17.1
79	48.7	48.9	4.2	4.1	17.8	17.8
80	66.4	66.8	4.9	4.6	15.1	14.0
81	65.0	64.8	4.0	4.1	13.8	13.7
82	68.3	68.3	5.4	5.3	16.8	16.4
83	52.6	52.6	5.0	5.1	16.4	16.2
84	53.9	53.5	5.4	5.4	15.7	15.1
85	51.3	51.2	2.8	2.9	14.1	13.9
86	49.1	49.4	5.0	5.0	16.3	16.6
87	53.9	54.1	5.4	5.4	15.7	15.5
88	56.9	57.3	5.4	5.5	15.7	15.8
89	67.5	67.7	6.3	6.4	16.0	15.9
90	67.8	67.9	6.0	6.1	16.7	16.6
91	57.4	57.3	4.0	4.0	14.9	15.0
92	65.2	65.4	5.7	5.8	15.2	15.4
93	64.4	64.8	5.4	5.8	15.8	15.9
94	63.5	63.2	5.0	5.1	16.5	16.3
95	62.9	62.7	6.3	6.1	19.6	19.5
96	62.6	62.8	4.6	4.7	17.2	17.1
97	54.8	54.8	3.6	3.9	14.2	13.9
98	57.4	57.4	4.0	4.2	14.9	14.7
99	52.9	52.9	4.4	4.9	16.5	16.1
100	53.9	53.7	5.4	5.1	15.7	15.6
101	52.9	52.5	4.4	5.0	16.5	16.4
102	54.2	54.2	4.8	4.7	15.8	15.8
103	52.9	52.6	4.4	4.4	16.5	16.3
104	52.9	52.8	4.4	4.3	16.5	16.5
105	64.9	64.5	7.0	7.2	17.8	17.6
30						
106	64.7	64.6	7.4	7.6	17.8	17.6
107	63.8	63.8	7.0	6.7	18.6	18.4
108	68.5	68.9	6.3	6.3	16.0	16.4

Продолжение таблицы						
109	62.2	61.8	5.2	5.1	14.5	14.4
110	49.7	49.4	4.2	4.1	17.8	17.3
111	52.3	52.7	5.0	5.1	16.3	16.3
112	51.0	51.0	3.6	4.2	15.9	16.0
113	56.5	56.2	5.5	5.4	14.6	14.5
114	69.8	69.6	6.9	6.8	14.8	14.7
115	62.5	62.1	4.6	4.4	17.2	17.1
116	51.5	51.4	4.0	4.1	17.2	17.0
117	61.8	61.9	5.9	5.9	20.6	20.7
118	59.3	59.1	4.1	4.0	16.3	16.0
119	68.0	68.3	4.4	4.6	14.4	14.3
120	68.0	68.0	4.4	4.5	14.4	14.4
121	61.7	61.5	5.9	5.9	20.6	20.4
122	62.5	62.0	7.0	7.2	19.4	19.3
123	67.8	67.4	6.0	6.1	16.7	16.2
124	71.8	71.8	5.2	5.3	14.6	14.5
125	68.6	68.2	4.8	4.9	13.9	13.5
126	68.2	68.0	5.4	5.7	15.8	15.9
127	54.8	54.9	3.6	3.4	14.2	14.2
128	52.9	52.5	4.4	4.1	16.5	16.4
129	54.2	54.0	4.8	5.0	15.8	15.6
130	67.1	66.7	5.6	5.4	17.4	17.1
131	63.5	63.5	5.0	4.9	16.5	16.6
132	63.5	63.3	5.0	4.8	16.5	16.0
133	62.9	62.8	6.3	6.2	19.6	19.3
134	60.3	59.9	4.5	4.7	15.6	15.5
135	52.5	52.2	4.5	4.8	13.1	13.2
136	55.9	56.5	4.0	4.3	13.7	13.8
137	57.5	58.0	4.0	4.2	14.9	14.9
138	58.6	59.2	4.4	4.6	14.4	14.5
139	54.8	54.9	3.6	3.7	14.2	14.2
140	52.9	52.6	4.4	4.4	16.5	16.4
141	44.0	44.1	3.2	3.2	14.7	14.6
142	45.5	45.2	3.6	3.5	14.1	14.2
143	52.4	52.6	3.2	3.4	13.6	13.3
144	52.6	52.5	5.0	5.4	16.4	16.7
145	53.9	53.7	5.4	5.3	15.7	15.7
146	52.6	52.2	5.0	5.5	16.4	16.1
147	53.9	54.3	5.4	5.6	15.7	15.4
148	54.0	53.7	5.4	5.8	15.7	15.4
149	55.1	55.4	5.7	6.2	15.1	15.1
150	53.9	54.2	5.4	5.5	15.7	15.6
151	55.1	55.5	5.7	5.7	15.1	15.2
152	69.2	68.8	5.1	5.2	13.4	13.0
153	66.3	65.9	4.6	4.9	12.9	12.8
154	69.2	68.7	5.1	5.2	13.4	13.3
155	71.9	71.7	5.2	5.6	14.6	14.3
156	63.5	63.4	7.3	7.2	18.5	18.1
157	55.1	55.1	5.7	5.6	15.1	15.0
158	50.8	51.0	4.6	4.8	16.9	16.7
159	45.5	45.0	3.3	3.5	13.3	13.3
160	53.4	53.3	5.0	5.5	14.6	14.7
161	58.5	58.7	4.4	4.4	14.3	14.4
162	71.9	72.2	5.2	5.4	14.6	14.4
163	72.3	72.5	5.6	5.6	14.1	13.9
164	65.8	65.4	6.3	6.6	14.6	14.3
165	65.2	65.0	5.7	6.0	15.2	14.9
166	64.4	64.0	5.4	5.3	15.8	15.9
167	65.2	65.5	5.7	6.0	15.2	15.0
168	53.9	53.7	4.3	4.0	13.9	13.8
169	59.7	59.4	4.3	4.2	13.9	13.6
170	54.1	54.1	3.7	3.8	18.6	18.2
171	47.4	47.0	4.3	4.6	21.3	21.4
172	40.7	40.3	2.9	2.9	18.3	18.2
173	51.6	51.0	3.3	3.3	17.7	17.4
174	64.1	64.1	5.7	5.8	20.8	21.0
175	65.7	65.5	6.3	6.4	19.1	18.7
Продолжение таблицы						

176	54.8	54.8	3.6	3.5	14.2	14.0
177	52.9	52.6	4.4	4.2	16.5	16.6

Пример 178

Гербицидная активность

Чтобы оценить гербицидную активность соединений, соответствующих изобретению, проводят испытания, используя ряд характерных представителей растений, таких как маис - *Zea mays* (MZ); рис - *Oryza sativa* (R); куриное просо - *Echinochloa crusgalli* (BG); овес - *Avena sativa* (O); льняное семя - *Linum usitatissimum* (L); горчица - *Sinapis alba* (M); сахарная свекла - *Beta vulgaris* (SB) и соя культурная - *Glycine max* (S).

Испытания распадаются на испытания двух категорий: довсходовые и послевсходовые. Довсходовые испытания включают разбрызгивание жидкой препаративной формы соединения на почву, в которую незадолго до этого высеяны семена растений упомянутых выше видов. Послевсходовые испытания включают испытания двух типов, а именно, поливку почвы и опрыскивание листьев растений. При испытаниях с поливкой почвы почву, в которой растут высеянные растения упомянутых выше видов, поливают жидкой препаративной формой, содержащей соединение изобретения, а при испытаниях с опрыскиванием листьев высеянные растения опрыскивают такой формой.

Почва, используемая в испытаниях, представляет собой подготовленную плодородную садовую землю.

Препаративные формы, применяемые при испытаниях, готовят из растворов испытуемых соединений в ацетоне, содержащих 0,4 вес.% конденсата алкилфенола с этиленоксидом, доступного под торговой маркой TRITONX-155. Ацетоновые растворы разбавляют водой, и получающиеся в результате формулировки применяют при уровне дозировки, соответствующему 5 - 1 кг активного соединения на гектар, в объеме, эквивалентном 600 литрам на гектар, при испытаниях с разбрызгиванием почвы и опрыскиванием листьев, и при уровне дозировки, соответствующему 10 кг активного материала на гектар, в объеме, эквивалентном приблизительно 3000 литрам на гектар - при испытаниях с поливкой почвы.

При довсходовых испытаниях для контроля используют необработанные участки почвы, в которую высеяны семена, и при послевсходовых испытаниях для контроля используют необработанные участки почвы, в которой растут высеянные растения.

Гербицидное действие испытуемых соединений оценивают визуально через двенадцать дней после опрыскивания листьев и почвы, и через тринадцать дней после поливки почвы, и регистрируют по 0 - 9 шкале. Рейтинг 0 указывает на рост растений, какой наблюдается у необработанных контрольных растений, рейтинг 9 указывает на гибель растений. Возрастание на 1 единицу по линейной шкале примерно соответствует 10% увеличению уровня действия.

ранее. Отсутствие числа в таблице соответствует рейтингу “ноль”; звездочка указывает, что результаты не получены.

Таблица XII

Соединение при- мера №	Поливка почвы, 10 кг/га								Дози- ровка кг/га	Опрыскивание листьев								До всходовые							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
10	7	7	6	6	5	6	9	3	5 1	7 5	5 2	9 7	4 3	8 7	8 7	9 9	7 6	5 2	4 3	9 8	7 5	8 6	9 7	8 7	4 2
11	7	6	5	4	4	6	3	2	5 1	7 4	5 3	7 5	5 3	7 7	9 8	9 9	8 7	7 6	6 6	6 2	4 2	3 2	7 5	7 3	2
12	5	2	5	4	2	3	7		5 1	7 5	5 3	7 5	4 3	6 6	8 8	9 9	7 6					1 1	2 1		
13	7	4	7	3	6	7	9	7	5 1	3 2	2	7	3	7 5	9 8	8 8	7 6	9 2	3	9 6	3 4	6 8	9 8	9 8	7
23	7	7	7	6	7	8	9	8	5 1	4 2		8 7	5 4	6 5	9 8	9 9	7 6	8 8	7 4	8 8	7 4	8 5	7 4	9 5	8
24	6	5	7	6	4	8	9	2	5 1	6 2		7 7	5 2	9 8	9 8	9 9	7 6	5 4	2	9 8	6 2	7 5	9 8	6 2	
25	8	7	5	4	6	9	8	8	5 1	5 2	2	8 6	3	5 4	9 7	8 7	8 5	7 5	4	8 5	4 3	5 2	8 8	9 2	7
26	8	4	8	5	6	8	8	8	5 1	3 1	2	8 5	4	5 3	8 6	8 6	8 7	8 5	6 2	8 7	8 2	4 5	6 8	8 2	4
27	6	4	5	4	3	6	7	6	5 1	4 3		8 3	2 2	5 4	8 6	7 7	7 6	8 2	2 6	8 6	4	3	5	2	2
28	5	2	7	4	4	7	8	1	5 1	6 5	4 4	9 8	6 5	8 8	9 9	9 9	8 8	5 4	2	9 8	7 6	7 5	9 9	8 8	2
29	4	4	7	5	2	5	6	1	5 1	7 6	5 3	9 8	6 5	7 7	9 9	9 9	7 4	4	8 8	7 6	4 4	9 9	9 9	2	
30	5	5	7	7	3	7	7	1	5 1	6 5	1	8 7	5 5	8 7	9 9	9 9	7 4	4	9 8	6 5	8 4	9 9	9 8	2	
31	8	6	8	5	8	9	8	8	5 1	7 5	4	9 8	3 3	8 7	8 8	9 9	8 8	8 7	4 2	8 7	7 6	5 4	8 6	9 2	4
32	8	5	8	7	6	8	8	7	5 1	6 5	4 4	9 7	4 3	7 5	9 9	9 8	8 8	7 6	4 6	8 3	2 2	7 2	9 5	2	
33	8	7	8	7	5	8	9	8	5 1	7 2		9 5	5 2	8 6	9 7	8 7	8 6	7 4	5 8	9 4					
34	8	7	8	8	4	8	9	8	5 1	7 5	2	9 8	5 3	8 6	9 8	9 9	8 7	8 7	6 5	9 8	7 5	8 2	9 8	8 2	6
35	6	3	7	2	3	7	4	5	5 1	6 4	2	9 6	4 2	6 5	9 8	8 7	7 6	7 2	2 5	8 1		8 2	2	1	
36	4		5			2		3	5 1	5 3		8 4	3 3	5 2	8 4	7 6	7 5	4		8 2		2 5	2	1	
37	6	5	8	7	3	5	6	2	5 1	5 4		8 7	6 5	8 8	9 9	9 6	7 2	5		7 5	4 2	6 9	9 8	4 2	
39	6	2	8	6	7	8	8	5	5 1	5 4	3	9 6	6 3	8 7	9 8	9 8	8 4	6 4	2	8 6	7 5	6 7	9 6	3	
41									5 1	3		6 5		2 6	6 5	6 4									
42	4		3	2	4	3	5	6	5 1	4 2		6 5	4 2	5 4	7 6	8 8	6 7	5		8 7	4 2	5 7	8 6	9 4	4
43	3	2	3			2	3		5 1	3 2		5 2	4 4	5 5	7 7	9 5	6		2		3	2	2		
44									5					2	7	5	4								
					33				1			330		1	6	2	2		34						

Продолжение таблицы

45										5 1	2	3 2	2	4 2	5 4	6 2	7 5							
46	4		5		4	5	4	3	5 1	3		6 2	3	6 5	7 6	8 7	8 7	4	6 2		4	7 5	9 4	6 2
47									5 1	3		2	4 2	6 5	7 5	9 7	4 2							
48									5 1	4 3		4 2	3 2	5 4	7 7	8 6	5 4	2 2						
49									5 1	2		2		3 7	8 2	4 2	3							
60	5	4	5	6	2	5	5		5 1	5 3	4 1	8 8	7 5	6 5	8 8	9 9	8 7	5 2	7 6	5 5	3 2	8 7	9 9	3 2
61	1	1	3	4		2	7	1	5 1	5 4	4 4	8 6	6 5	5 5	8 8	9 9	8 7	2	3 1	1 1	2 2	8 8	4	
62	4	3	7	6	2	5	6		5 1	6 5	5 2	9 9	8 7	9 8	9 9	9 7	8 2	4 2	3 7	8 4	5 5	9 8	4 2	
63	4	2	7	7	3	3	6	2	5 1	7 5	4	9 8	6 5	8 7	9 9	9 6	7 2	4 3	6 5	4 2	7 6	9 9	6 5	
64	*	*	*	*	*	*	*	*	5 1	8 8	6 2	9 9	8 6	8 8	9 9	9 8	8 7	8 7	8 9	9 8	9 7	9 9	9 5	
65	7	6	8	7	5	8	9	7	5 1	8 7	7 6	9 9	9 8	9 9	9 9	9 8	8 7	8 9	9 8	9 9	9 8	9 9	8 8	
66	6		4	3		2	6	2	5 1	6 4	4 2	7 7	8 8	8 8	9 9	9 7	8 2	5 3	7 6	4 2	4 2	8 7	4 2	
67	7	6	8	7	4	6	9	7	5 1	9 7	8 8	8 8	8 8	9 7	9 9	9 8	9 8	9 8	9 8	9 8	9 9	9 9	9 8	
68	7	7	8	7	4	6	4	6	5 1	8 7	8 7	8 7	8 8	9 8	9 9	9 8	9 8	9 8	9 8	9 9	9 8	9 9	9 9	
69	7	6	7	6	5	8	7	2	5 1	8 7	7 6	7 7	8 8	8 8	9 9	9 8	8 7	7 8	9 8	8 8	8 9	9 9	9 8	
70	7	2	7	6	5	7	5	6	5 1	8 6	8 7	9 7	9 8	8 8	9 9	9 8	9 8	8 8	9 8	9 8	9 8	9 9	9 8	
71	7	6	7	8	6	8	9	6	5 1	8 6	6 5	7 6	6 5	7 6	9 8	9 9	8 7	8 7	9 9	8 7	6 2	9 8	4	
72	6	5	7	6	2	7	6	7	5 1	4 2	4	6 5	2	6 5	8 7	8 7	9 8	4 6	6 5	4 3	5 4	6 5	7 2	
73	8	4	6	7	6	7	9	5	5 1	8 6	6 5	8 7	5 4	7 6	8 8	8 9	9 7	8 4	9 9	8 7	9 9	9 9	9 7	
74	8	7	8	7	5	7	8	8	5 1	8 5	4 2	8 7	4 2	7 7	8 8	9 8	9 8	9 8	9 8	9 8	5 7	9 4	6 5	
75	7	6	8	7	6	7	8	6	5 1	7 6	6 5	8 7	7 7	8 8	9 9	9 9	8 7	6 5	9 8	8 7	6 5	9 8	7 6	
76	9	8	8	8	7	9	8	8	5 1	7 4	6 5	8 7	7 6	8 7	9 9	9 8	9 8	9 8	9 8	8 9	9 7	9 9	8 8	
77	6	6	7	7	6	6	4	2	5 1	8 7	6 5	8 8	8 7	9 9	9 9	9 8	6 5	4 2	8 7	7 6	6 5	9 9	5 4	
78	7	6	8	7	6	9	9	7	5 1	7 6	4 2	9 8	8 7	8 8	9 9	9 8	9 7	8 6	9 8	9 7	6 5	9 8	8 7	
79	8	8	9	8	7	9	9	8	5 1	9 8	7 6	9 8	8 8	9 9	9 9	9 8	9 9	9 8	9 9	9 8	9 7	9 9	9 9	
80									5 1	2		3		2 2	4 2	4 2	4							
81			3	2	2	3	4		5 1	6 5	4 2	7 6	4 2	6 5	8 8	9 9	7	2 4 7 2 6						
82	7	6	7	6	4	7	6	4	5 1	4 3		7 7	5 4	6 6	9 8	9 8	8 2	4 2	6 2	4 2	3	2	4 2	
83	7	7	6	5	6	9	8	2	5 1	8 7	8 7	9 8	8 8	7 7	9 8	9 9	9 7	8 7	9 9	9 8	9 4	9 9	9 8	

35

330

36

Продолжение таблицы

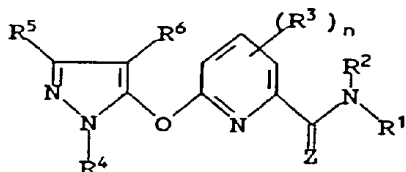
84	7	6	7	6	4	6	5	3	5	6	6	8	6	7	9	9	9	7	4	9	8	4	9	9	4
									1	5	4	7	6	7	9	9	9	6	2	8	7	2	7	8	2
85	6	3	5	7	2	4	7	2	5	7	4	7	6	4	9	9	9	3		7	4	4	7	9	2
									1	2	2	7	5	4	9	9	8	2		7	3	2	6	8	
86	*	*	*	*	*	*	*	*	5	8	6	8	8	8	9	9	8	9	8	9	9	9	9	9	9
									1	7	5	7	8	8	9	9	8	8	7	9	7	8	9	9	7
87	6	6	7	6	5	7	6	3	5	8	6	8	6	8	9	9	8	6	4	9	8	6	9	9	7
									1	4	2	7	5	8	9	9	8	2	2	9	7	5	9	9	4
88	7	6	7	6	4	3	7	4	5	6	4	9	6	4	9	9	8	7	4	9	4	3	3	9	4
									1	5	2	6	5	2	8	8	7	2	2	8	2		2	8	2
89	6		4	3		2			5	5		8	6	5	8	9	7			4		3	8	7	
									1	4		2	5	5	8	9	7			2			7	7	
90	6		5	6	4		2		5	6		7	4	6	8	7	6	3		4			6	4	
									1	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
91	4	6	7	6		4	2		5	4		6	4	7	7	9	9	4	2	6			8	8	2
									1	2		2	2	6	6	8	8	2		5			7	8	
92	6	4	5	2	2	6	5		5	5	5	8	4	9	9	9	6	4	2	8	6	5	9	9	4
									1	4	2	8	2	7	9	9	5	2		4	2	4	9	8	2
93	7	6	7	3	2	6	5		5	7	2	8	6	9	9	9	7	5	2	7	6	7	9	9	2
									1	5	2	7	5	7	9	9	6	4		5	5	6	8	8	
94									5			7			7	8	4								
									1			2			5	2									
95									5	2		3		2	7	8	5								
									1						2	2	2								
110	7	6	8	8	6	8	7	9	5	5		8	4	6	9	9	9	9	8	9	9	5	9	9	9
									1	4		6	3	5	9	8	8	8	6	2	8	4	6	8	2
111	7	6	8	8	6	9	9	9	5	7	7	8	6	7	9	9	9	9	9	9	9	6	9	9	8
									1	2	3	6	5	6	9	8	8	8	6	7	8	5	9	9	8
112			2		3	5	4	3	5	4		3	3	4	9	8	7	3		4	3	2	4	9	3
									1	3		1		3	7	6	5			2			2	2	
115	5	6	6	5	5	6	7	4	5	7	4	8	6	7	9	9	7	4	5	7	4	3	9	7	4
									1	6	2	7	5	6	8	9	7	3	2	5	2	2	7	6	2
116	8	8	8	8	7	9	9	8	5	7	5	7	7	7	9	9	8	7	8	9	9	9	9	9	9
									1	6	4	7	6	7	8	8	8	7	7	9	8	8	9	9	8
117	7	4	6	3	5	6	8	7	5	7		8	5	7	8	9	8	7	4	7	5	4	8	9	7
									1	2		2	1	5	8	9	8			2			5	8	4
118	6	4	6	4	2	3	4		5	6	5	8	6	5	9	9	4	2		6	4	5	8	7	
									1	5	2	7	5	5	9	8	3			2		4	8	6	
119	2		7	5		6	9	2	5	5		8	6	6	9	9	6	4	6	4	6	7	9	4	
									1	4		8	5	5	9	9	5	1	6	4	3	7	9	2	
120									5						2		2			5		2	4		
									1											2					
121				3	4	3	2		5	3		5	2	5	7	6	7	1		3	2	1	3	4	1
									1	2		4										2	2		
122	4	2	3	2	3	6	4	5	5	4	3	8	4	5	6	7	6	5	4	6		4	7	9	6
									1	2		2	2	4	5	6	5			2			2	2	2
123	4		6	5	4	6	5		5	6	4	9	4	7	8	9	8	5	2	7	2	3	6	6	4
									1	5	2	7	2	7	8	8	7	4		2		2	5	2	2
124	6		6	3		2	2		5	2	1	6	4	6	8	7	6						4	7	
									1			5	2	5	7	6	5						2	6	
125									5	2		6	4	4	8	9	6						6	4	
									1	1		5	2	2	7	6	6						5	2	
126	4		6			2	3		5	6		5	4	7	8	8	7	3		4		2	6	8	
									1	5		4	2	5	7	7	6			2			6	7	
127	*	*	*	*	*	*	*	*	5	5	6	7	8	7	9	9	8	7	4	9	7	9	9	9	8
									1	2	2	7	8	7	8	7	8	5	2	8	5	8	8	9	4
128	8	8	7	7	4	9	9	8	5	5	4	9	7	7	7	9	8	7	7	9	9	9	9	9	9
									1	2	2	7	2	6	7	8	8	6	4	6	8	6	9	9	8

129	8	7	7	8	7	8	9	8	5	7	6	9	8	7	9	9	8	8	8	9	9	9	9	9	8
									1	5	2	8	7	7	9	9	8	7	7	9	9	8	9	9	8
130	5	4	2	6	6	7	5	6	5	4		4	5	6	8	9	8	7	4	6	7	4	9	8	6
									1			2		4	7	7	8	2		2	5	2	8	7	4
131	5		6	7	5	7	4	6	5	4	3	8	6	7	9	9	8	7	5	7	7	5	9	8	7
									1	2		2	5	5	9	8	7	6	2	2	6	2	9	2	2
132	6	4	7	5	6	7	7	6	5	4		7	5	7	8	9	8	7	5	7	8	5	9	9	6
									1	2		2	4	6	8	7	7	6		2	2	2	9	8	2
133					2	5	6	4	5	6		4	3	2	7	9	8					6	7	5	
									1					1	6	6	6					2	4	2	
134	5		4	3	2	7	2	5	5	5		9	6	5	9	9	8	5		7	2	1	9	8	5
									1	2		7	2	4	9	8	6	2		2		8	6	2	
135	3		5	4	6	4	6		5	6	3	9	8	8	9	9	6	4	2	6	4	7	9	9	6
									1	4		8	6	7	9	9	6	1		5	2	6	8	9	2
136	5	6	7	5	3	6	7	4	5	6	5	9	7	7	9	9	8	5	4	6	4	6	9	9	6
									1	4	2	9	6	7	9	9	7	4	2	5	2	2	7	9	2
137	6	5	7	6	5	7	6	5	5	7	6	9	9	9	9	9	8	7	6	9	9	9	9	9	7
									1	6	5	8	8	9	9	9	8	6	5	8	8	8	9	9	7
138	4	3	4	6	5	6	7	5	5	7	6	9	8	9	9	9	7	6	6	8	8	9	9	9	6
									1	5	2	8	7	8	9	9	7	5	2	7	7	8	9	9	6
139	6	5	7	5	6	4	9	6	5	7	6	9	8	9	9	9	8	7	6	9	8	9	9	9	8
									1	5	2	9	7	8	9	9	7	6	4	9	7	8	9	9	6
140	5	4	6	8	4	6	7	8	5	5	3	9	5	8	9	9	8	8	7	9	9	7	9	9	7
									1	4		6	4	7	9	9	8	6	4	8	6	4	8	9	6
141	4	6	7	7	4	7	9	6	5	5	4	7	6	7	9	9	8	7	5	9	8	6	9	9	7
									1	2	2	3	5	5	8	9	8	6	4	9	8	5	9	9	6
142	7	4	8	4	6	7	8	8	5	6	4	7	9	8	9	9	8	7	6	9	9	9	9	9	7
									1	4	2	7	8	8	9	9	8	5	5	8	7	6	9	9	6
143	4		6	4	6	5	9	6	5	6	4	8	8	8	9	9	8	6	5	7	7	7	9	9	7
									1	5	3	7	7	8	9	9	7	6	4	7	6	7	9	9	6
144	4		6	5		4	8	6	5	5	3	9	7	8	9	9	8	9	8	9	8	6	9	9	8
									1	4		7	7	7	9	9	8	8	6	7	8	5	9	9	7
145	7	5	7	7	5	6	9	6	5	7	8	9	8	8	9	9	8	9	8	9	9	8	9	9	9
									1	6	7	7	8	8	9	9	8	8	8	9	8	6	9	9	8
146	7		6	8	4	7	7	8	5	5		8	5	6	9	9	8	9	5	8	9	4	9	9	8
									1	2		7	4	5	9	9	8	8	1	5	8	2	8	9	7
147	7	4	7	7	7	7	9	8	5	7	4	8	9	7	9	9	8	8	8	9	9	9	9	9	8
									1	2		7	7	6	9	9	8	7	7	8	8	8	9	9	8
148	6	2	7	6	4	6	8	7	5	6	4	8	7	7	9	9	8	8	7	9	9	7	9	9	8
									1	2		7	7	6	9	9	7	7	6	8	7	5	9	9	7
149	7	4	8	7	6	5	9	7	5	7	4	8	8	7	9	9	8	8	7	9	9	9	9	9	8
									1	6	2	7	8	7	9	9	8	7	6	9	8	7	9	9	6
150	4		3		2	5	7	6	5	5	3	9	6	5	9	9	8	5	2	3	8	4	9	9	6
									1	3		2	2	2	7	8	8	2		2	6	2	7	9	5
151	7	3	7	5	7	6	9	7	5	6	5	8	7	7	9	9	8	7	6	9	7	9	9	9	8
									1	4	1	6	3	7	9	9	8	6	2	7	6	8	9	9	7
152									5	3		2	1	2	4	1	2								
									1			1		1	2										
153						2			5	4		5		4	8	6	6		2		1	6			
									1	2		2		2	4	4	2					2			
154	*	*	*	*	*	*	*	*	5					3	2	3	2								
									1						2										
155									5						4		2								
									1						2										
156									5	2		6		5	8	6	8					3	2	1	
									1			5		2	6	6	7								
157	8	6	7	7	6	8	9	8	5	7	4	8	7	7	9	9	9	8	6	9	8	8	8	9	9
									1	2		7	6	7	8	9	8	7	5	9	7	6	8	9	8

158	7	4	6	7	5	9	9	6	5	6	4	9	6	8	9	9	9	9	6	8	8	6	8	9	9
									1	5	2	8	5	4	9	8	7	8	5	8	7	5	8	8	8
159	6	5	6	7	2	6	7	5	5	6		8	7	9	9	9	9	7	6	8	7	4	9	9	8
									1	5		8	6	8	9	9	9	6	2	8	7	3	9	9	6
160	8		6	6	4	6	8	8	5	7		7	5	6	9	9	9	8	8	8	7	4	9	9	6
									1	6		5	4	5	8	9	9	8	4	3	2	2	9	9	2
162	6	6	7	4	3	7	6	1	5	5		7	5	7	9	8	7	4	1	7	4	2	9	9	4
									1	4		2	2	7	9	8	6			6	2	1	9	8	2
163	2	2	5	2	4	5	6	2	5	6		7	5	8	9	9	5	2		5	2	4	9	9	
									1	2		2	4	7	9	8	4			2	1	2	8	8	
164	7	6	7	4	6	7	6	5	5	6		7	7	6	8	9	8	4		7	6	5	9	9	5
									1	5		6	3	5	7	9	7	2		5	2	4	8	9	
165	5	4	6	5	3	7	7	6	5	6		9	5	6	8	9	8	5	6	7	5	4	8	9	
									1	5		4	2	4	8	9	6		2		2	4	2		
166									5	4		5	1	2	7	6	5	4		5	1	6	7		
									1	2		2			5	2	2			2		2	5		
170			2			3	2	3	5	5		6	5	6	9	8	7			3	2	3	8	9	2
									1	4		5	3	5	8	7	6					1	6	8	
171	6		4	3	5	8	7	6	5	3		4	3	6	8	9	9	6		2		4	3	8	6
									1	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
172	7	6	6	7	3	8	8	6	5	4	3	6	4	6	9	9	9	4	5	6	5	3	9	9	5
									1	2		5	3	5	9	9	8	3	4	4	5	3	9	8	4
173	3		2	1	1	2	3		5	4		3	2	4	8	9	7					4	3	2	
									1	2				3	8	8	6					2	2		
174	2		4	2	3	4	2	2	5	5	3	7	5	9	8	9	8	1		2		2	4	4	4
																						2		2	
175	5		2	2	4	5	4		5	4	1	2	4	4	8	7	5								
									1	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Производные пиколинамида общей формулы I



в которой

Z представляет собой атом кислорода,

R¹ и R² каждый независимо представляет собой атом водорода или C₁-C₈-алкил, C₂-C₈-алкенил, C₂-C₈-алкинил, C₃-C₆-циклоалкил, (C₃-C₆-циклоалкил)C₁-C₈-алкил, C₁-C₆-алкокси, фенил, C₁-C₈-алкиламино, C₁-C₆-диалкиламино или фениламино группу, причем каждая группа необязательно замещена одним или более атомами галогена или C₁-C₄ алкокси или циано группами, или R¹ и R² вместе представляют C₂-C₆ алкилен, при условии, что только один из R¹ и R² представляют необязательно замещенную C₁-C₆-алкокси, C₁-C₈-алкиламино, C₁-C₆-диалкиламино или фениламино группу;

R³, если присутствует, представляет собой C₁-C₄-алкильную группу,

R⁴ представляет собой C₁-C₄-алкил или фенил, необязательно замещенный одним или более атомами галогена, и R⁵ и R⁶ каждый независимо представляет атом водорода или C₁-C₄ алкил, C₃-C₆-циклоалкил или фенил, причем каждая группа необязательно замещена одним или более атомами галогена, и n равно 0 или 1.

2. Соединение по п.1, в котором R³ представляет метильную группу.

3. Гербицидная композиция, отличающаяся тем, что включает в качестве активного ингредиента 0,5-95% масс. соединения по пп.1 или 2 соответственно, вместе с, по крайней мере, одним носителем, и в случае, когда в композиции присутствуют по крайней мере два носителя, по крайней мере один из них представляет собой поверхностно-активный агент.

4. Способ борьбы с нежелательной растительностью в локусе, отличающийся тем, что включает обработку локуса соединением по пп.1 или 2 или гербицидной композицией по п.3 с дозой 1-10 кг активного ингредиента на гектар.