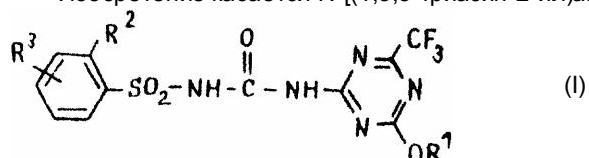


Изобретение касается N-[(1,3,5-триазин-2-ил)аминокарбонил]бензолсульфонамидов общей формулы I



где R¹ обозначает метиловую или этиловую группу,

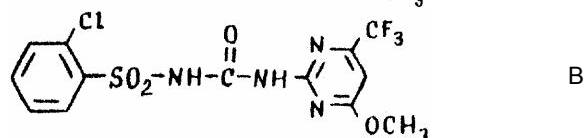
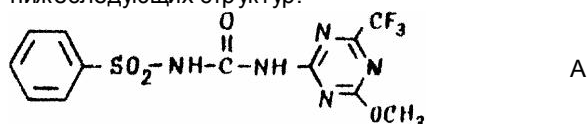
R² обозначает галоген, C₁-C₃-алкилсульфонилгруппу, трифторметилгруппу или 2-метоксиэтоксигруппу,

R³ обозначает водород, метил-, этил-, фтор или хлор, а также их солей, применимых в сельском хозяйстве.

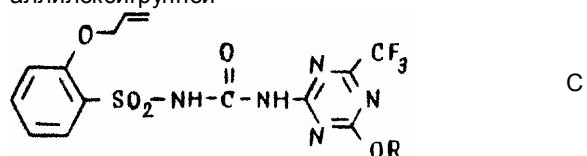
Кроме того, изобретение касается способа их использования в качестве гербицидов.

Патенты США №4120691 и №4127405 и заявка на Европейский патент №44807 касаются сульфонилмочевин с гербицидным действием, общая формула которых включает вышеуказанные соединения формулы I.

В патенте США №4120691 соединение триазина А, а также производное пиримидина В описаны в виде нижеследующих структур:

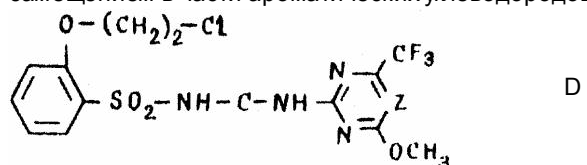


В заявке на Европейский патент №44807 описаны две сульфонилмочевины С с орто-постоянной аллилоксигруппой



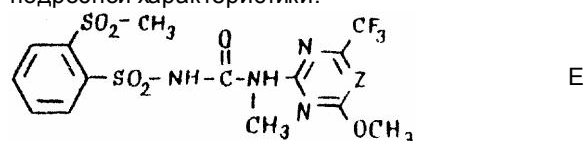
где R - CH₃, C₂H₅.

В заявке на Европейский патент №48808 описаны две сульфонилмочевины D с 2-хлорэтоксизамещением в части ароматических углеводов.



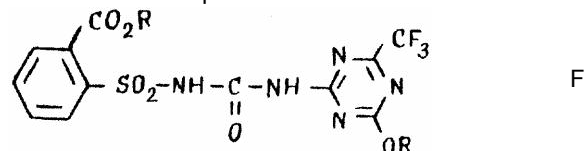
где Z - CH, N.

В заявке на Европейский патент №48143 приведены две N-метилированные сульфонилмочевины E без подробной характеристики.



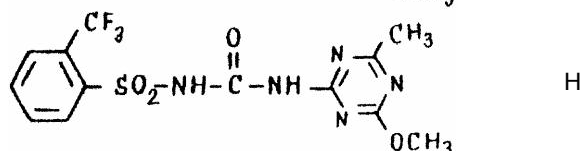
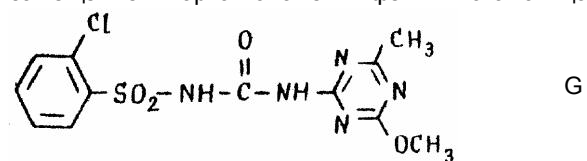
где Z - CH, N.

Заявка на Европейский патент №388873 включает в себя сложный эфир бензойной кислоты структуры F.



где R - CH₃, C₂H₅.

Патент США №4127405 описывает производные сульфонилмочевины с хлор- или трифторметилзамещением в орто-положении фенильного кольца и CH₃/OCH₃-замещением в триазиновом кольце.



Соединение G известно под обозначением хлорсульфурон (Glean ®).

В основу изобретения положена задача синтезировать сульфонилмочевины, обладающие по сравнению с известными представителями этого класса гербицидов улучшенными свойствами и отличающиеся, в частности, высокой селективностью в чувствительных культурах, как например, рис или кукуруза.

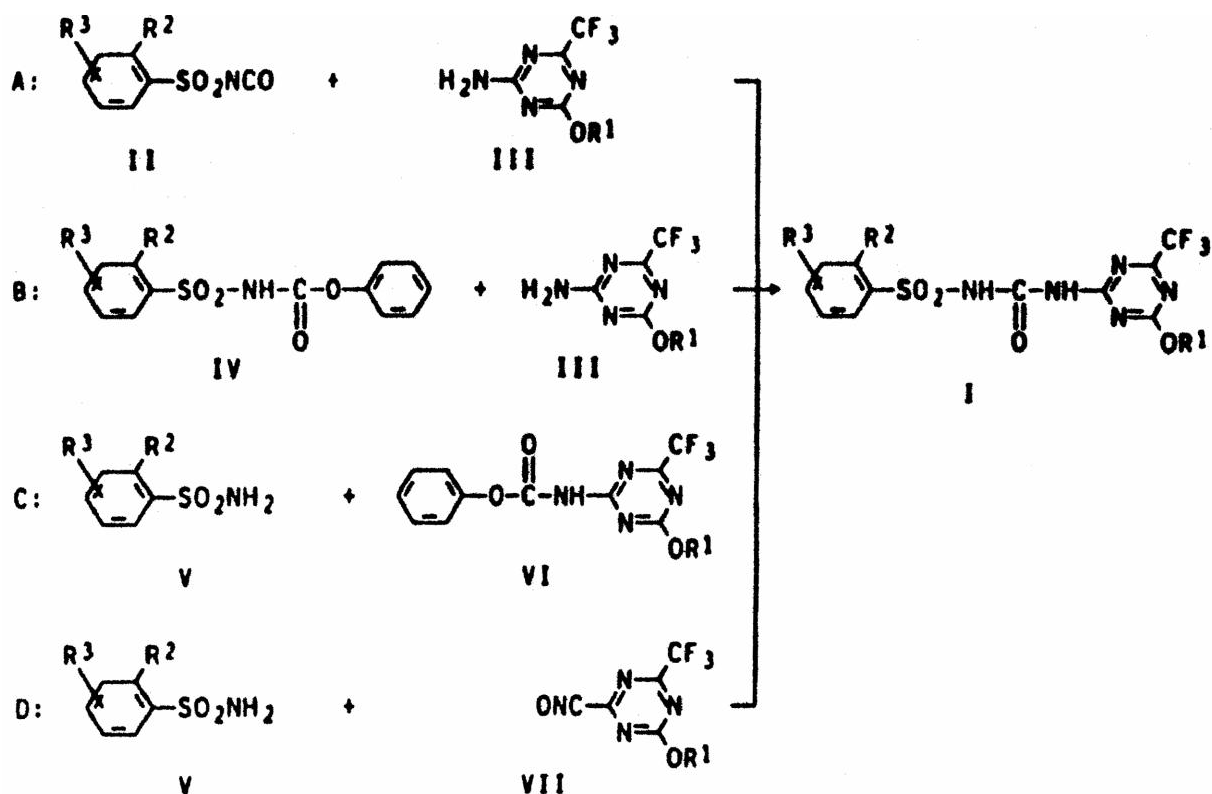
В соответствии с этой задачей были получены вышеуказанные N-[(1,3,5-триазин-2-ил)аминокарбонил]бензолсульфонамиды формулы I.

В формуле I C₁-C₃-алкилсульфонил обозначает метил-, этил-, пропил- или изопропилсульфонилгруппу, галоген обозначает фтор, хлор, бром или йод, в частности, фтор или хлор. Особенно предпочтительными являются бензолсульфонамиды, в которых R² обозначает хлор.

Предложенные в изобретении сульфонилмочевины формулы I получают различными способами, описанными в литературе. В качестве примера следует указать особенно предпочтительные способы (A-D).

A: Сульфонилизоцианат II преобразуют известным способом (заявка на Европейский патент №162723) с помощью, примерно, стехиометрического количества производного 2-амино-1,3,5-триазина III при температуре от 0 до 120°C, предпочтительно, от 10 до 100°C. Реакция может осуществляться при нормальном давлении или при давлении (до 50бар), предпочтительно при 1 до 5бар, непрерывно или периодически.

Целесообразно применять для преобразований при соответствующих условиях реакции инертные растворители и разбавители. В качестве растворителей рассматриваются, например, галогеноуглеводороды, в частности хлорпроизводные углеводородов, например тетрахлорэтилен 1,1,2,2- или 1,1,1,2-тетрахлорэтан, дихлорпропан, метилхлорид, дихлорбутан, хлороформ, хлорнафталин, дихлорнафталин, тетрахлорметан, 1,1,1- или 1,1,2-трихлорэтан, трихлорэтилен, пентахлорэтан,



о-, м-, р-дифторбензол, 1,2-дихлорэтан, 1,1-дихлорэтан, 1,2-цис-дихлорэтилен, хлорбензол, фторбензол, бромбензол, йодбензол, о-, м-, р-дихлорбензол, о-, р-, м-дибромбензол, о-, м-, р-хлортолуол, 1,2,4-трихлорбензол; простой эфир, например, простой этилпропиловый эфир, простой метил-третбутиловый эфир, простой n-бутилэтиловый эфир, простой ди-n-бутиловый эфир, простой диизобутиловый эфир, простой диизоамиловый эфир, простой диизопропиловый эфир, анизол, фенол, простой циклогексилметилэтиловый эфир, простой диэтиловый эфир, простой этиленгликольдиметилэтиловый эфир, тетрагидрофуран, диоксан, тиазол, простой, β,β-дихлордиэтиловый эфир; нитроуглеводороды, как например, нитрометан, нитроэтан, нитробензол, о-, м-, р-хлорнитробензол, о-нитротолуол; нитрилы, как например, ацетонитрил, бутиронитрил, изобутиронитрил, бензонитрил, м-хлорбензонитрил; алифатические или циклоалифатические углеводороды, например, гептан, пинан, нонан, о-, м-, р-цимон, бензиновые фракции с диапазоном температуры кипения от 70 до 190°C, циклогексан, метилциклогексан, декалин, петролейный эфир, гексан, лигроин, 2,2,4-триметилпентан, октан; сложный эфир, например, этилацетат, ацетоуксусный эфир, изобутилацетат; амиды, например, формамид, метилформамид, диметилформамид; кетоны, например, ацетон, метилэтилкетон, и соответствующие смеси. Целесообразно применять растворитель в количестве от 100 до 2000вес.%, предпочтительно, от 200 до 700вес.%, относительно исходного вещества II.

Соединение II, необходимое для преобразования, применяется обычно, примерно, в эквимольных количествах (с избытком или недостатком, например, от 0 до 20% относительно соответствующего исходного вещества III). Исходное вещество III можно поместить в один из указанных разбавителей и затем добавить исходное вещество II. Целесообразно способ получения новых соединений осуществлять таким образом, чтобы исходное вещество II помещали в один из ранее указанных разбавителей и затем добавляли исходное вещество III.

Для окончания преобразования после подачи компонентов перемешивают еще от 20 мин до 24ч при температуре от 0 до 120°C, предпочтительно, 10 - 100°C.

В качестве ускорителя реакции можно использовать, предпочтительно, третичный амин, например пиридин, α,β,γ -пиколлин, 2,4-, 2,6-пигидин, 2,4,6-коллидин, р-диметиламинопиридин, триметиламин, триэтиламин, три(п-пропил)амин, 1,4-диаза(2,2,2)бициклооктан (ДАВСО) или 1,8-диазабицикло(5,4,0)-ундец-7-ен в количестве от 0,01 до 1моль на моль исходного вещества II.

Конечное вещество I выделяют из реакционной смеси обычным способом, например после отгонки растворителя или непосредственно путем отсасывания. Остаток можно промыть водой или разбавленной кислотой для удаления основных примесей. Кроме того, можно также остаток растворить в растворителе, не смешиваемом с водой и промыть, как описано выше. При этом требуемые конечные вещества выделяются в чистом виде, соответственно они могут быть очищены путем перекристаллизации, перемешивания в органическом растворителе, принимающем примеси, или с помощью хроматографии.

Обычно это преобразование проводят в ацетонитриле, простом метил-третбутиловом эфире, толуоле или метилхлориде в присутствии от 0 до 100 молярных эквивалентов, предпочтительно от 0 до 50 молярных эквивалентов третичного амина, как например, 1,4-диазабицикло(2,2,2)октан или триэтиламин.

В: Соответствующий сульфонилкарбамат формулы IV преобразуют известным способом (Заявка на Европейский патент №120814, Заявка на Европейский патент №101407) в инертном органическом растворителе при температуре между 0 и 120°C, предпочтительно, от 10 до 100°C с помощью производного III 2-амино-1,3,5-триамина. При этом могут быть добавлены основания, как например, третичные амины, благодаря чему реакция ускоряется и улучшается качество продукта.

Подходящими основаниями для этого являются, например, третичные амины, как указано в примере А, в частности, триэтиламин или 1,4-диазабицикло(2,2,2)октан, в количестве от 0,01 до 1моль на моль исходного вещества IV.

В качестве растворителей целесообразно применять растворители, указанные в примере А.

Растворитель применяют в количестве от 100 до 2000вес.%, предпочтительно, от 200 до 700вес.%, относительно исходного вещества IV.

Соединение IV, необходимое для преобразования, применяется обычно, примерно, в эквимольных количествах (с избытком или недостатком, например, от 0 до 20%, относительно соответствующего исходного вещества III). Исходное вещество IV можно поместить в указанный ранее разбавитель и затем добавить исходное вещество III.

Кроме того, можно также исходное вещество III поместить в один из указанных растворителей или разбавителей и добавить сульфонилкарбамат IV.

В обоих случаях в качестве катализатора можно добавить до или во время реакции основание.

Из реакционной смеси можно получить конечный продукт I обычным способом, как указано в примере А.

С: Сульфонамид формулы V преобразуют известным способом (Заявка на Европейский патент №2141777 и Заявка на Европейский патент №101670) в инертном органическом растворителе с помощью, примерно, стехиометрического количества фенилкарбамата VI при температуре от 0 до 120°C, предпочтительно, от 20 до 100°C. Реакция может осуществляться при нормальном давлении или при давлении (до 50бар), предпочтительно, при 1 до 5бар, непрерывно или периодически.

При этом могут добавляться основания, как например, третичные амины, ускоряющие реакцию и улучшающие качество продукта. Подходящими основаниями для этого являются основания, указанные в примере А, в частности триэтиламин, 2,4,6-коллидин, 1,4-диазабицикло(2,2,2)октан (ДАВСО) или 1,8-диазабицикло(5,4,0)-ундец-7-ен (ДВU), в количестве от 0,01 до 1моль на моль исходного вещества V.

В качестве растворителей или разбавителей целесообразно использовать растворители или разбавители, указанные в примере А.

Растворитель используют в количестве от 100 до 2000вес.%, предпочтительно, от 200 до 700вес.%, относительно исходного вещества V.

Соединение V, необходимое для преобразования, применяется обычно, примерно, в эквимольных количествах (с избытком или недостатком, например, от 0 до 20%, относительно соответствующего исходного вещества VI). Исходное вещество VI можно положить в один из указанных ранее разбавителей и затем добавить исходное вещество V.

Кроме того, можно также в один из указанных растворителей положить исходное вещество V и затем добавить карбамат VI. В обоих случаях в качестве катализатора можно добавить одно из указанных оснований до или во время реакции.

Для окончания преобразования после подачи компонентов перемешивают еще от 20 мин до 24ч при температуре от 0 до 120°C, предпочтительно 10 - 100°C, в частности 20 - 80°C.

Сульфонилмочевины формулы I выделяют из реакционной смеси обычными методами, как описано в примере А.

D: Сульфонамид формулы V преобразуют известным способом (Заявка на Европейский патент №234352) в инертном органическом растворителе с помощью, примерно, стехиометрического количества изоцианата VII при температуре от 0 до 150°C, предпочтительно от 10 до 100°C. Реакция может протекать при нормальном давлении или при давлении (до 50бар), предпочтительно, при давлении от 1 до 5бар, непрерывно или периодически.

При этом до или во время реакции могут добавляться основания, как например, третичные амины, ускоряющие реакцию и улучшающие качество продукта. Подходящими основаниями для этого являются основания, указанные в примере А, в частности триэтиламин или 2,4,6-коллидин, в количестве от 0,01 до 1моль на моль исходного вещества V.

В качестве растворителей целесообразно применять растворители, указанные в примере А. Растворитель применяют в количестве от 100 до 2000вес.%, предпочтительно, от 200 до 700вес.%, относительно исходного вещества V.

Соединение V, необходимое для преобразования, применяется обычно, примерно, в эквимольных количествах (с избытком или недостатком, например, от 0 до 20%, относительно исходного вещества VII). Исходное вещество VII можно поместить в один из указанных разбавителей и затем добавить исходное

вещество V. Однако, можно также положить сульфонамид и затем добавить изоцианат VII.

Для окончания преобразования после подачи компонентов перемешивают еще от 20 мин до 24 ч при температуре от 0 до 120°C, предпочтительно 10 - 100°C, в частности 20 - 80°C. Конечный продукт I может быть получен из реакционной смеси обычным способом, как описывается в примере A.

Используемые в качестве исходных веществ сульфонилизоцианаты формулы II можно получить известным способом из соответствующих сульфонамидов путем фосгенирования (Houben-Weyl 11/2 (1985) 1106, патент США №4379769) или путем преобразования сульфонамидов с помощью хлорсульфонилизоцианата (выложенная заявка ФРГ №3132944).

Сульфонилкарбаматы формулы IV были получены по аналогии с известными реакциями (например, Заявка на Европейский патент №120814). Сульфонилизоцианаты формулы II можно перевести также путем реакции в инертном растворителе, как например, простой эфир или дихлорметан с помощью фенола в карбаматы формулы IV. Карбаматы формулы VI получают по аналогии с известными преобразователями (Заявка на Европейский патент №101670), они могут быть получены также из соответствующих изоцианатов VII путем преобразования фенолом.

Изоцианаты формулы VII получают из аминов формулы III путем обработки оксалилхлоридом или фосгеном (по аналогии с Angew. Chem. 83 (1971) 407; Заявка на Европейский патент №388873).

Сульфонамиды можно получить путем реакции соответствующих хлоридов сульфокислоты с аммиаком (Houben-Weyl, Методы органической химии, том 9 (1955) 605). Хлориды сульфокислоты получают либо путем реакции Меервейна (диазотирование соответствующих аминов и катализированное солью меди сульфохлорирование), либо путем хлорсульфонирования соответствующих ароматических углеводородов, например, хлорид 2,5-дихлорбензолсульфокислоты из p-дихлорбензола (Houben-Weyl, Методы органической химии, том 9 (1955) 557с.).

2-Амино-4-метокси-6-трифторметил-1,3,5-триазин и 2-амино-4-этокси-6-трифторметил-1,3,5-триазин известны в литературе (Yakugaku Zasshi 95 (1975) 499).

Соли соединений I получают известным способом (заявка на Европейский патент №304282, выложенная заявка США №4599412). Их получают путем депротонирования соответствующих сульфомочевин I в воде или соответствующем инертном органическом растворителе при температуре от -80°C до 120°C, предпочтительно, от 0°C до 60°C в присутствии основания.

Соответствующими основаниями являются, например, гидроксиды, гидриды, оксиды или алкоголяты щелочных или щелочноземельных металлов, как например, гидроксид натрия, калия и лития, метанолят, этанолят и третбутолят натрия, гидрид натрия и кальция и оксид кальция.

В качестве растворителей рассматриваются наряду с водой также спирты, как например, метанол, этанол и третбутанол, простые эфиры, как например, тетрагидрофуран и диоксан, ацетонитрил, диметилформамид, кетоны, как например, ацетон и метилэтилкетон, а также галогенированные углеводороды.

Депротонирование может осуществляться при нормальном давлении или при давлении до 50 бар, предпочтительно, при нормальном давлении и избыточном давлении до 5 бар.

Соединения I или гербицидные средства, содержащие эти соединения, а также их соли щелочных и щелочноземельных металлов, пригодные для окружающей среды, могут очень хорошо использоваться для борьбы с вредными растениями в культурах, как например, пшеница, рис или кукуруза, не повреждая культурные растения, эффект заметен даже при низкой норме расхода гербицида. Они могут применяться, например, в виде непосредственно распыляемых растворов, порошков, суспензий, также высокопроцентных водных, масляных или других суспензий или дисперсий, эмульсий, масляных дисперсий, паст, опылывающих средств, препаратов, вносимых в почву, или гранулятов посредством распыления, опрыскивания, опылывания, рассеивания или поливки. Формы применения определяются в зависимости от цели применения; в каждом случае они должны обеспечивать, по возможности, точное распределение предложенных в изобретении биологически активных веществ.

Соединения I применяются для получения непосредственно распыляемых растворов, эмульсий, паст или масляных диспергаторов. В качестве неактивных добавок рассматриваются, среди прочих, минеральные масляные фракции от средней до высокой точки кипения, например, керосин или дизельное масло, кроме того, масло каменноугольной смолы, а также масло растительного или животного происхождения, алифатические, циклические и ароматические углеводороды, как например, толуол, ксилол, парафин, тетрагидронафталин, алкилированные нафталины или их производные, метанол, этанол, пропанол, бутанол, циклогексанол, циклогексанон, хлорбензол, изофорон или очень полярные растворители, как например, N,N-диметилформамид, диметилсульфоксид, N-метилпирролидон или вода.

Водные формы применения могут быть приготовлены из эмульсионных концентратов, дисперсий, паст, смачиваемых порошков или вододиспергируемых гранулятов путем добавки воды. Для получения эмульсий, паст или масляных дисперсий субстраты, как таковые, или растворенные в масле или растворителе, могут гомогенизироваться в воде с помощью смачивающих, схватывающих, диспергирующих или эмульгирующих средств. Кроме того, могут быть получены также концентраты, состоящие из активного вещества, смачивающего, схватывающего, диспергирующего или эмульгирующего средства и соответственно растворителя или масла, пригодные для разбавления водой.

В качестве поверхностно-активных веществ рассматриваются щелочные, щелочноземельные соли аммония ароматических сульфокислот, например, лигнин-, фенол-, нафталин- и дибутилнафталинсульфокислота, а также жирных кислот, алкил- и алкиларилсульфонаты, алкилсульфаты, сульфаты простого лаурилового эфира и сульфаты спирта жирного ряда, а также соли сульфатированных гекса-, гепта- и октадеканола, а также гликолевого эфира спирта жирного ряда, продукты конденсации сульфонируемого нафталина и его производных с формальдегидом, продукты конденсации нафталина или нафталинсульфокислот с фенолом и формальдегидом, простой эфир полиоксиэтиленоктилфенола, этоксилированный изооктил-, октил- или нонилфенол, алкилфенол-, трибутилфенилполигликолевый эфир, алкиларилполиэфир спиртов, изотридециловый спирт, конденсаты окиси этилена жирных спиртов, этоксилированное касторовое масло, простой полиоксиэтиленалкиловый эфир или полиоксипропилен, ацетат полигликолевого эфира лаурилового спирта, сложный сорбитовый эфир, лигнинный - отработанный

сульфитный щелок или метилцеллюлоза.

Порошкообразные средства, препараты для внесения в почву и средства для опыливания могут быть получены путем перемешивания или совместного перемалывания активных веществ с твердым наполнителем.

Грануляты, например, грануляты с оболочкой, пропиточные и гомогенные грануляты могут быть получены путем соединения активных веществ с твердыми наполнителями. Твердыми наполнителями являются кремневые кислоты, силикагели, силикаты, тальк, каолин, известняк, известь, мел, болус, лесс, глина, доломит, диатомовая земля, сульфат кальция и магния, окись магния, размолотые синтетические материалы, удобрения, как например, сульфат аммония, фосфат аммония, нитрат аммония, мочевины и растительные продукты, как например, зерновая мука, мука из древесной коры, дерева и ореховой скорлупы, целлюлозный порошок или другие твердые наполнители.

Составы содержат обычно от 0,1 до 95вес.%, предпочтительно от 0,5 до 90вес.% активного вещества.

Примеры составов приведены ниже.

I. 90вес.ч. соединения №1 смешивают с 10вес.ч. N-метил- α -пирролидона и получают раствор, пригодный для применения в виде мельчайших капель.

II. 20вес.ч. соединения №1 растворяют в смеси, состоящей из 80вес.ч. ксилола, 10вес.ч. продукта присоединения от 8 до 10моль окиси этилена к 1моль олеиновая кислота-N-моноэтаноламида, 5вес.ч. соли кальция додецилбензолсульфокислоты и 5вес.ч. продукта присоединения 40моль окиси этилена к 1моль касторового масла. Путем точного распределения раствора на 100000вес.ч. воды получают водную дисперсию, содержащую 0,02вес.% активного вещества.

III. 20вес.ч. соединения №1 растворяют в смеси, состоящей из 40вес.ч. циклогексанона, 30вес.ч. изобутанола, 20вес.ч. продукта присоединения 7моль окиси этилена к 1моль изооктилфенола и 10вес.ч. продукта присоединения 40моль окиси этилена к 1моль касторового масла. Путем точного распределения раствора на 100000вес.ч. воды получают водную дисперсию, содержащую 0,02вес.% активного вещества.

IV. 20вес.ч. биологически активного вещества №1 растворяют в смеси, состоящей из 25вес.ч. циклогексанона, 65вес.ч. минеральной масляной фракции с точкой кипения от 210 до 280°C и 10вес.ч. продукта присоединения 40моль окиси этилена к 1моль касторового масла. Путем точного распределения раствора на 100000вес.ч. получают водную дисперсию, содержащую 0,02вес.% активного вещества.

V. 20вес.ч. биологически активного вещества №1 хорошо смешивают с 3вес.ч. соли натрия диизобутилнафталин- α -сульфокислоты, 17вес.ч. соли натрия лигнинсульфокислоты из отработанного сульфитного щелока и 60вес.ч. порошкообразного геля кремневой кислоты и размалывают в молотковой мельнице. Путем точного распределения смеси в 20000вес.ч. воды получают раствор для опрыскивания, содержащий 0,1вес.% активного вещества.

VI. 3вес.ч. биологически активного вещества №1 смешивают с 97вес.ч. высокодисперсного каолина. Таким образом получают средство для опыливания, содержащее 3вес.% активного вещества.

VII. 30вес.ч. биологически активного вещества №1 хорошо перемешивают со смесью из 92вес.ч. порошкообразного геля кремневой кислоты и 8вес.ч. парафинового масла, которое распыляют на поверхность этого геля кремневой кислоты. Таким способом получают состав активного вещества с хорошей клейкостью.

VIII. 20вес.ч. биологически активного вещества №1 хорошо смешивают с 2вес.ч. соли кальция додецилбензолсульфокислоты, 8вес.ч. полигликолевого эфира жирных кислот, двумя весовыми частями соли натрия конденсата фенол-мочевина-формальдегид и 68 весовыми частями парафинового минерального масла. Получают стабильную маслянистую дисперсию.

Применение может осуществляться по предвсходовому или послевсходовому способу. Если биологически активные вещества плохо переносятся некоторыми культурными растениями, то применяют технику, которая распыляет гербицидные средства с помощью распыляющих устройств таким образом, что листья чувствительных культурных растений по возможности не поражаются, в то время как активные вещества попадают на листья растущих ниже нежелательных растений или на голую поверхность земли (post-directed, lay-by).

Нормы расхода биологически активного вещества достигают в зависимости от цели применения, времени года, растения и стадии роста от 0,001 до 1,0кг/га, предпочтительно, от 0,01 до 0,5кг/га.

Учитывая разнообразие методов применения соединения, предложенные в изобретении, и средства, содержащие эти соединения, могут использоваться для устранения нежелательных растений в большом количестве культурных растений. Рассматриваются, например, следующие культуры:

Ботаническое название	Немецкое название
Allium cepa	Лук репчатый
Ananas comosus	Ананас
Arachis hypogaea	Земляной орех
Beta vulgaris spp. altissima	Сахарная свекла
Beta vulgaris app. rapa	Кормовая свекла
Brassica napus var. napus	Рапс
Brassica napus var. napobrassica	Брюква
Brassica rapa var. silvestris	Сурепка масличная
Camellia sinensis	Чай
Carthamus tinctorius	Сафлор
Citrus limon	Красильный Цитрус
Citrus sinensis	Апельсин
Coffea arabica (Coffea canephora, Coffea liberica)	Кофе
Cucumis sativus	Огурец
Cynodon dactylon	Бермудская трава

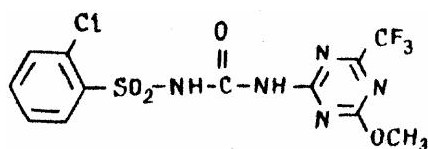
<i>Daucus carota</i>	Морковь
<i>Elaeis guineensis</i>	Масляная пальма
<i>Fragaria vesca</i>	Земляника
<i>Glicine max</i>	Соя
<i>Gossypium hirsutum</i>	Хлопчатник
(<i>Gossypium arboreum</i> , <i>Gossypium herbaceum</i> , <i>Gossypium vitifolium</i>)	
<i>Helianthus annuus</i>	Подсолнечник
<i>Hevea brasiliensis</i>	Гевея
<i>Hordeum vulgare</i>	Ячмень
<i>Humulus lupulus</i>	Хмель
<i>Ipomoea batatas</i>	Батат
<i>Juglans regia</i>	Орех
<i>Lens culinaris</i>	Чечевица
<i>Linum usitatissimum</i>	Лен волокнистый
<i>Lycopersion lycopersicum</i>	Помидор
<i>Malus spp.</i>	Яблоня
<i>Manihot esculenta</i>	Маниок
<i>Medicago sativa</i>	Люцерна
<i>Musa spp.</i>	Плодовый банан
<i>Nicotiana tabacum</i> (N. <i>rustica</i>)	Табак
<i>Olea europaea</i>	Маслина
<i>Oryza sativa</i>	Рис
<i>Phaseolus lunatis</i>	Фасоль лимкая
<i>Phaseolus vulgaris</i>	Фасоль обыкновенная кустовая
<i>Picea abies</i>	Красная ель
<i>Pinus spp.</i>	Сосна
<i>Pisum sativum</i>	Горох посевной
<i>Prunus avium</i>	Черешня
<i>Prunus persica</i>	Персик
<i>Pyrus communis</i>	Груша
<i>Ribes sylvestre</i>	Смородина красная
<i>Ribes uva-crispa</i>	Крыжовник
<i>Ricinus communis</i>	Клещевина обыкновенная
<i>Saccharum officinarum</i>	Сахарный тростник
<i>Secale cereale</i>	Рожь
<i>Solanum tuberosum</i>	Картофель
<i>Sorghum bicolor</i> (S. <i>vulgare</i>)	Сорго обыкновенное
<i>Theobroma cacao</i>	Какао настоящее
<i>Trifolium pratense</i>	Клевер луговой
<i>Triticum aestivum</i>	Пшеница
<i>Triticum durum</i>	Пшеница твердая
<i>Vicia faba</i>	Бобы конские
<i>Vitis vinifera</i>	Виноград
<i>Zea mays</i>	Кукуруза

Для расширения спектра действия и для достижения синергистического эффекта триазилилзамещенные сульфонилмочевинны формулы I могут смешиваться с многочисленными представителями других гербицидных или регулирующих рост групп биологически активных веществ и применяться вместе с ними. В качестве партнеров для смешивания рассматриваются, например, диазины, производные 4Н-3,1-бензоксазина, бензотиадиазины, 2,6-динитроанилины, N-фенилкарбаматы, тиолкарбаматы, галогенкарбоновые кислоты, триазины, амиды, мочевины, простой дифениловый эфир, триазины, урацилы, производные бензофурана, производные циклогексан-1,3-диона, производные хинолинкарбоновой кислоты, фенилокси- или гетероариллоксифенилпропионовые кислоты, а также их соли, сложные эфиры и амиды и др.

Кроме того, полезно соединения формулы I отдельно или в сочетании с другими гербицидами смешивать еще с другими средствами для защиты растений и использовать их вместе, например, с препаратами для борьбы с сорняками или фитопатогенными грибами или бактериями. Кроме того, целесообразно смешивание с растворами минеральных солей, используемых для устранения недостатка в питательных и микроэлементах. Могут быть добавлены также нефитотоксичные масла и масляные концентраты.

Ниже приводятся примеры для синтеза соединений I.

Пример 1. 2-Хлор-1-N-[(4-метокси-6-трифторметил-1,3,5-триазин-2-ил)аминокарбонил]бензолсульфонамид

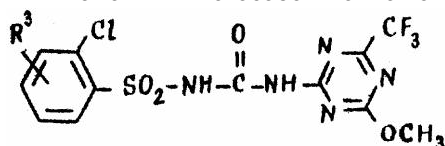


Раствор из 4,0г (21ммоль) 2-амино-4-метокси-6-трифторметил-1,3,5-триазина в 20мл ацетонитрила смешивали при температуре 25°C с 4,5г (21ммоль) 2-хлорбензолсульфонилизотиоуреидом. Полученный таким образом раствор перемешивали в течение 21ч при 25°C. Затем при пониженном давлении при 40°C удаляли растворитель и твердый остаток сильно смешивали с 1л смеси простого диэтилового эфира/гексана (v : v 1/1) в течение 3ч. Продукт отсасывали и высушивали в вакууме при 40°C. Получили 6,5г (75% Th) указанного соединения с температурой плавления 166 - 168°C.

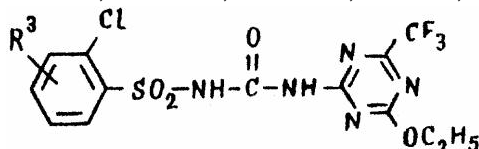
Пример 2. Натрий (2-хлор-1-N[(4-метокси-6-трифторметил-1,3,5-триазин-2-ил)аминокарбонил]бензолсульфонамид/Суспензию из 1,5г (3,6ммоль) 2-хлор-1-[(4-метокси-6-трифторметил-1,3,5-триазин-2-ил)аминокарбонил]бензолсульфонамид в 10мл метилхлорида смешивали при температуре 25°C с 0,66г (3,6ммоль) раствора метанолята натрия (30вес.%) в метаноле. Образовавшийся гомогенный раствор перемешивали в течение 1ч при 25°C. После удаления летучих частиц при 60°C в вакууме, получаемом с помощью водоструйного насоса, получили указанное соединение в количественном выходе с температурой разложения 220 - 224°C.

Биологически активные вещества, указанные в табл.1, получают аналогичным способом.

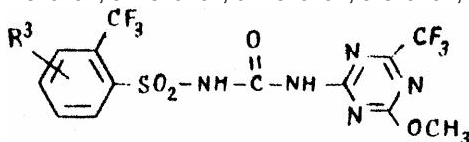
Аналогичным способом можно получить следующие соединения:



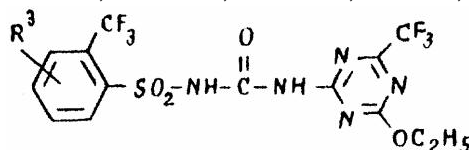
или их соли натрия, причем R³ имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



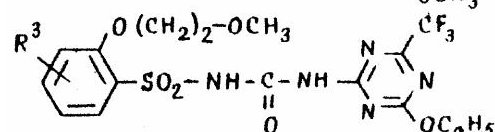
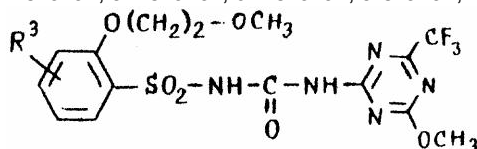
или их соли натрия, причем R³ имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



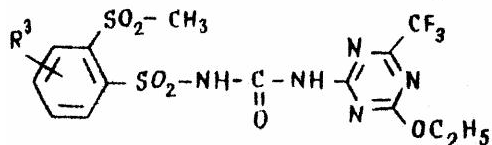
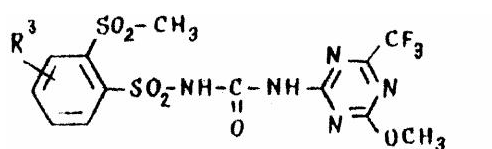
или их соли натрия, причем R³ имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



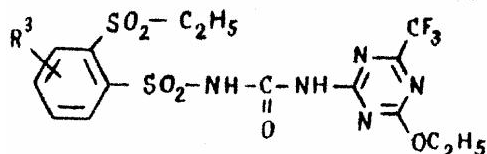
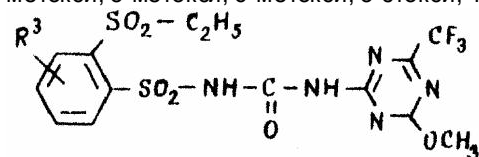
или их соли натрия, причем R³ имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



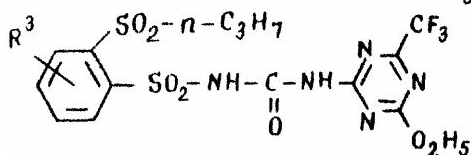
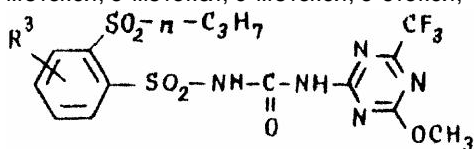
или их соли натрия, причем R³ имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



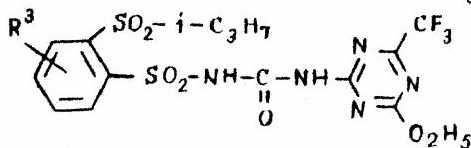
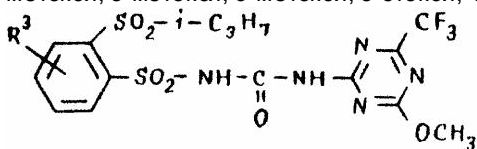
или их соли натрия, причем R^3 имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



или их соли натрия, причем R^3 имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



или их соли натрия, причем R^3 имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси;



или их соли натрия, причем R^3 имеет следующие значения: водород, 3-метил, 4-метил, 5-метил, 6-метил, 3-этил, 4-этил, 5-этил, 6-этил, 3-фтор, 4-фтор, 5-фтор, 6-фтор, 3-хлор, 4-хлор, 5-хлор, 6-хлор, 3-метокси, 4-метокси, 5-метокси, 6-метокси, 3-этокси, 4-этокси, 5-этокси, 6-этокси.

Примеры применения.

Гербицидное действие N-[(1,3,5-триазин-2-ил)аминокарбонил]бензолсульфонамидов формулы I на рост испытуемых растений показано на следующих опытах в теплице.

В качестве емкости для культур служат пластиковые цветочные горшки объемом 300 см³ и глинистым песком, примерно, с 3,0% перегноя в качестве субстрата. Семена испытуемых растений высеваются отдельно по типам.

В целях послевсходовой обработки отбираются либо непосредственно высеянные растения, либо проросшие в одинаковых емкостях, либо пророщенные растения и пересаженные за несколько дней до обработки в емкости для опытов.

Затем в зависимости от прорастания испытуемые растения при высоте от 3 до 15 см обрабатываются суспензированными или эмульгированными в воде в виде диспергатора биологически активными веществами, разбрызгиваемыми через сопла. Норма расхода для послевсходовой обработки достигает 0,06 или 0,03 кг/га активного вещества.

Опытные растения выставляются в теплицу, причем для теплолюбивых видов устанавливается температура от 20 до 35°C, а для создания умеренного климата предпочтительна температура от 10 до 20°C. Экспериментальный период длится от 2 до 4 недель. В течение этого времени ухаживают за растениями и анализируют их реакцию на отдельную обработку. Оценка осуществляется по шкале от 0 до 100. При этом 100 обозначает отсутствие прорастания растений или полное разрушение, по меньшей мере,

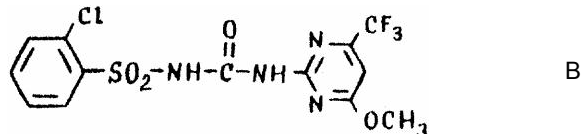
наземных частей, а 0 обозначает отсутствие повреждений или нормальное протекание роста.

Растения, используемые для опытов в теплице, состоят из следующих видов:

Латинское название	Немецкое название
<i>Amaranthus retroflexus</i>	Щирица запрокинутая
<i>Chenopodium album</i>	Марь белая
<i>Chrysanthemum</i>	Хризантема
<i>Galium aparine</i>	Подмаренник цепкий
<i>Triticum aestivum</i>	Пшеница летняя
<i>Zea mays</i>	Кукуруза
<i>Stellaria media</i>	Звездчатка средняя

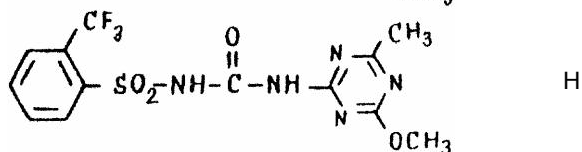
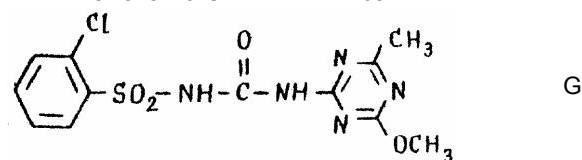
0,06 или 0,03кг/га активного вещества, использованного по послевсходовому способу, может оказывать с примером №1 очень хорошее воздействие на широколистные нежелательные растения при одновременной селективности культурных растений пшеницы и кукурузы.

В следующей таблице представлены результаты биологических исследований, в которых предложенное в изобретении активное вещество примера 1 сравнивается с соединением В, известным из патента США 4169719.



В табл.2 приведены данные по гербицидной активности соединения-примера №1 с соединением В при послевсходовом применении 0,06 или 0,03кг/га активного вещества в теплице.

В табл.3 и 4 сравниваются предложенные в изобретении соединения примеров 1 или 3 с веществами G или H из патента США №4127405.



Результаты исследований показывают чрезвычайно высокую селективность.

Известные соединения вызывают неприемлемые повреждения по 85 или 70% в культуре кукурузы, Соединения примеров 1 или 3, напротив, при одинаково хорошем гербицидном воздействии показывают только 10% повреждения культурных растений.

В табл.3 приведены данные по гербицидной активности соединения примера №1 с соединением С при послевсходовом применении 0,03кг/га активного вещества в теплице.

В табл.4 приведены данные по гербицидной активности соединения примера №3 с соединением Н при послевсходовом применении 0,06 или 0,03кг/га активного вещества в теплице.

Высокая селективность в чувствительных культурах риса, пшеницы летней и кукурузы достигается с помощью предложенного в изобретении соединения №7, как показывают результаты, представленные в нижеследующих таблицах 5 и 6.

В табл.5 приведены данные по борьбе с нежелательными широколиственными растениями при одновременной совместимости с культурами пшеницы летней и кукурузы при послевсходовом применении 0,015кг активного вещества/га соединения №7 в теплице.

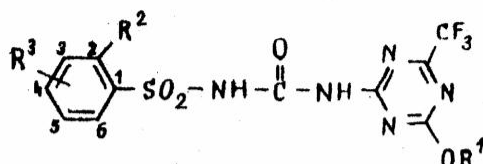
В табл.6 приведены данные по борьбе с нежелательными широколиственными растениями при одновременной совместимости с культурами риса при послевсходовом применении 0,015кг активного вещества/га соединения №7 в теплице.

В следующем опыте соль натрия сравнительного соединения Н сравнивали с примером 7.

В таблице 7 представлены данные по гербицидной активности сравнительного соединения №7 с солью натрия сравнительного соединения Н при послевсходовом применении 0,06 или 0,03кг/га активного вещества в теплице.

Результаты опыта наглядно демонстрируют чрезвычайно высокую селективность при одновременно высокой гербицидной эффективности предложенного в изобретении соединения.

Таблица 1



Активное вещество №	R ¹	R ²	R ³	Темп. плавления, °C
1	CH ₃	Cl	H	166-168
2	CH ₃	O(CH ₂) ₂ OCH ₃	H	108-110
3	CH ₃	CF ₃	H	164-169
4	CH ₃	Cl	H	220-224 разлож. Na-соль
5	CH ₃	O(CH ₂) ₂ OCH ₃	H	119 разлож. Na-соль
6	CH ₃	O(CH ₂) ₂ OCH ₃	H	139 -" - Ca-соль
7	CH ₃	CF ₃	H	165 -" - Na-соль
8	CH ₃	Cl	6-Cl	168
9	CH ₃	Cl	H	160-163 разлож. Ca-соль
10	CH ₃	Cl	H	232 разлож K-соль
11	CH ₃	Cl	6-CH ₃	140-144
12	CH ₃	Cl	5-Cl	151-156
13	CH ₃	F	H	162-164
14	CH ₃	Br	H	156-160
15	CH ₃	J	H	
16	CH ₃	F	H	>220 разл. Na-соль
17	CH ₃	F	H	>220 -" - K-соль
18	CH ₃	F	H	>220 -" - Ca-соль
19	CH ₃	F	6-F	177-180
20	CH ₃	F	6-F	180-200 разлож. Na-соль
21	CH ₃	F	6-F	>220 разлож. K-соль
22	CH ₃	F	6-F	155-159 разл. Ca-соль
23	C ₂ H ₅	Cl	3-Cl	155-157
24	CH ₃	Cl	3-Cl	175-177
25	C ₂ H ₅	Cl	3-Cl	197-200 разлож. Na-соль
26	CH ₃	Cl	3-Cl	198-201 -" - Na-соль
27	CH ₃	Cl	6-CH ₃	175-178 -" - Na-соль
28	CH ₃	Cl	6-CH ₃	180-183 K-соль
29	CH ₃	SO ₂ CH ₃	H	176-177
30	CH ₃	SO ₂ CH ₃	H	186-188 Na-соль
31	CH ₃	Cl	3-Cl	>220 разлож. K-соль
32	C ₂ H ₅	SO ₂ CH ₃	H	164-165
33	C ₂ H ₅	Cl	H	149-151
34	CH ₃	CF ₃	6-CH ₃	149-150
35	CH ₃	CH ₃	6-CH ₃	200 разлож. Na-соль
36	CH ₃	CF ₃	H	211 -" - Ca-соль
37	CH ₃	SO ₂ C ₂ H ₅	H	152-155
38	CH ₃	SO ₂ -n-C ₃ H ₇	H	181-182
39	CH ₃	SO ₂ -i-C ₃ H ₇	H	173-177

Т а б л и ц а 2

Испытуемые растения	Повреждение, % при норме расхода, кг/га а.в.			
	Пример 1		В	
	0,06	0,03	0,06	0,03
Amaranthus retroflexus	100	100	0	0
Galium aparine	95	90	0	0
Chenopodium album	90	90	0	0

Т а б л и ц а 3

Испытуемые растения	Повреждение, %	
	Пример 1	Г
Zea mays	10	85
нежелательные растения:		
Amaranthus retroflexus	90	90
Galium aparine	80	74

Т а б л и ц а 4

Испытуемые растения	Повреждение, %, норма расхода, кг/га активного вещества			
	Пример 1		Н	
	0,06	0,03	0,06	0,03
Zea mays	10	10	70	70
нежелательные растения:				
Amaranthus retroflexus	90	90	90	90
Galium aparine	95	60	10	0
Chenopodium album	98	98	98	98
Sinapis alba	95	90	90	90

Т а б л и ц а 5

Испытуемые растения	Повреждения, %
Triticum aestivum	10
Zea mays	15
нежелательные растения:	
Amaranthus retroflexus	90
Chenopodium album	75
Stellaria media	100

Т а б л и ц а 6

Испытуемые растения	Повреждения, %
<i>Oryza sativa</i>	10
нежелательные растения	
<i>Amaranthus retroflexus</i>	95
<i>Sinapis alba</i>	70
<i>Stellaria media</i>	100

Т а б л и ц а 7

Испытуемые растения	Повреждение, % при норме расхода, кг/га а. в.			
	Пример 7		Н соль Na	
	0,06	0,03	0,06	0,03
<i>Zea mays</i>	10	0	100	100
нежелательные растения:				
<i>Amaranthus retroflexus</i>	100	100	90	90
<i>Galium aparine</i>	98	98	70	60
<i>Chenopodium album</i>	100	100	100	100