



(51) МПК
C07D 231/20 (2006.01)
A01N 43/56 (2006.01)
A01P 13/02 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010151991/04, 19.05.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 19.05.2009

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
 20.05.2008 JP 2008-132190
 09.01.2009 JP 2009-003467

(43) Дата публикации заявки: 27.06.2012 Бюл. № 18

(45) Опубликовано: 20.10.2013 Бюл. № 29

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: RU 2462457 C2, 27.09.2012, приоритет
 от 28.11.2006. EP 0282944 A2, 21.09.1988.
 EP 0352543 A1, 31.01.1990. US 4942246 A,
 17.07.1990. WO 2007/069771 A1, 21.06.2007.

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
 национальной фазе: 20.12.2010

(86) Заявка РСТ:
 JP 2009/059489 (19.05.2009)

(87) Публикация заявки РСТ:
 WO 2009/142318 (26.11.2009)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул.Б.Спасская, 25, стр.3,
 ООО "Юридическая фирма Городисский и
 Партнеры", пат.пов. А.В.Мицу, рег.№ 364

(72) Автор(ы):

**ЦУКАМОТО Масамицу (JP),
 КИКУГАВА Хироси (JP),
 НАГАЯМА Соитиро (JP),
 ОКИТА Тацуя (JP),
 ХАТА Хироси (JP)**

(73) Патентообладатель(и):

ИСИХАРА САНГИО КАЙСЯ, ЛТД. (JP)

**(54) СОЕДИНЕНИЯ ПИРАЗОЛА, СПОСОБ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ И СОДЕРЖАЩИЕ ИХ
 ГЕРБИЦИДЫ**

(57) Реферат:

Настоящее изобретение предоставляет соединение 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбонат или его соль. Это соединение демонстрирует превосходное гербицидное действие и имеет широкий диапазон применения, включая сельскохозяйственные поля и несельскохозяйственные поля, и различные способы применения, включающие обработку

почвы и обработку листвы. Кроме того, изобретение относится к способу его получения; содержащему его в качестве активного ингредиента гербициду; и к способу борьбы с нежелательными растениями или ингибирования их роста, который включает нанесение гербицидно-эффективного количества данного соединения на нежелательные растения или на место их произрастания. 4 н.п. ф-лы, 17 табл., 17 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C07D 231/20 (2006.01)
A01N 43/56 (2006.01)
A01P 13/02 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2010151991/04, 19.05.2009**

(24) Effective date for property rights:
19.05.2009

Priority:

(30) Convention priority:
20.05.2008 JP 2008-132190
09.01.2009 JP 2009-003467

(43) Application published: **27.06.2012 Bull. 18**

(45) Date of publication: **20.10.2013 Bull. 29**

(85) Commencement of national phase: **20.12.2010**

(86) PCT application:
JP 2009/059489 (19.05.2009)

(87) PCT publication:
WO 2009/142318 (26.11.2009)

Mail address:

129090, Moskva, ul.B.Spaskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. A.V.Mitsu, reg.№ 364

(72) Inventor(s):

TsUKAMOTO Masamitsu (JP),
KIKUGAVA Khirosi (JP),
NAGAJaMA Soitiro (JP),
OKITA Tatsuja (JP),
KhATA Khirosi (JP)

(73) Proprietor(s):

ISIKhARA SANGIO KAJSJa, LTD. (JP)

(54) PYRAZOLE COMPOUNDS, METHOD FOR PRODUCTION THEREOF AND HERBICIDES CONTAINING SAID COMPOUNDS

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: present invention provides the compound 1-(1-ethyl-4-(3-(2-methoxyethoxy)-2-methyl-4-(methylsulphonyl)benzoyl)-1H-pyrazol-5-yloxy)ethyl methyl carbonate or a salt thereof. The invention relates to a method of producing said compound; a herbicide containing said compound as an active ingredient; and a weed control method or a method of inhibiting weed growth, which involves

applying a herbicide-effective amount of said compound on weeds or place where weeds grow.

EFFECT: compound demonstrates excellent herbicidal action and has a wide range of application, including agricultural fields and non-agricultural fields, and various methods of application, which include treatment of soil and leaves.

4 cl, 17 tbl, 17 cl

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к новым соединениям пиразола, полезным в качестве активного ингредиента гербицидов.

Предшествующий уровень техники

Патентные документы 1) и 2) раскрывают соединения пиразола. Однако соединения пиразола, представленные следующими формулами (I) или (II), не раскрыты в них конкретно.

Патентный документ 1): EP0352543A1

Патентный документ 2): EP0282944A2

Раскрытие изобретения

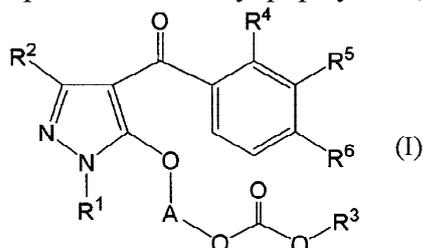
Цели, достигаемые изобретением

Ранее гербициды, которые обладают превосходной гербицидной активностью против сорняков и которые являются безопасными для пищевых растений, являлись желательными для сокращения трудоемкости при борьбе с сорняками и для улучшения продуктивности сельскохозяйственных и садовых растений. При разработке новых гербицидов в будущем, является желательным разработать соединения, способные к проявлению желаемой гербицидной активности, в то время как их дозировки при контроле должны быть низкими. Дополнительно, является желательным разработать соединения, которые не будут неблагоприятно воздействовать на окружающую среду, оставаясь в почве более необходимого, проявляя, при этом, практическую остаточную эффективность, или стекая в почву вне участка применения вследствие дождя и т.д. Дополнительно, является желательным разработать соединения, которые будут в высокой степени безопасными для животных. Однако поиск новых соединений, пригодных для достижения такой цели, зависит от проб и ошибок.

Средства достижения цели

Авторы настоящего изобретения провели обширные исследования соединений пиразола, чтобы найти наиболее превосходные гербициды, которые обеспечат достижение указанной выше цели, и, в результате, создали настоящее изобретение.

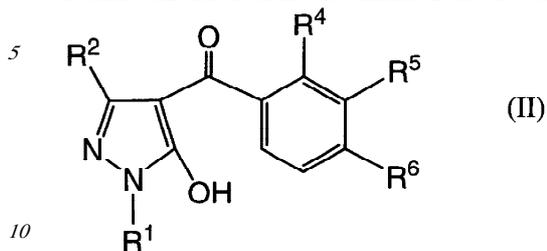
Именно, настоящее изобретение относится к соединению пиразола, представленному формулой (I), или его соли:



где R^1 представляет собой алкил, R^2 представляет собой атом водорода или алкил, R^3 представляет собой алкил, R^4 представляет собой алкил, R^5 представляет собой алкил, замещенный одним алкокси, алкокси, замещенный одним алкокси, или алкоксикарбонил, R^6 представляет собой алкилсульфонил, А представляет собой алкилен, замещенный по меньшей мере одним алкилом; способу его получения; содержащему его гербициду в качестве активного ингредиента; и способу борьбы с нежелательными растениями или ингибирования их роста, который включает нанесение гербицидно-эффективного количества данного соединения на нежелательные растения или на место их роста.

Дополнительно, настоящее изобретение относится к соединению пиразола,

представленному формулой (II), или его соли, которое является полезным в качестве промежуточного соединения пиразола, представленного формулой (I), или его соли, а также является полезным в качестве гербицида:



15 где R¹ представляет собой алкил, R² представляет собой атом водорода или алкил, R⁴ представляет собой алкил, R⁵ представляет собой алкил, замещенный одним алкокси, алкокси, замещенный одним алкокси, или алкоксикарбонил, и R⁶ представляет собой алкилсульфонил; способу его получения; содержащему его гербициду в качестве активного ингредиента; и способу борьбы с нежелательными растениями или ингибирования их роста, который включает нанесение гербицидно-эффективного количества данного соединения на нежелательные растения или на место их роста.

20 Соединения пиразола, представленные формулами (I) или (II), или их соли реализуют заметное улучшение гербицидной активности против сорняков по сравнению с общепринятыми соединениями подобного типа и обладают высокой безопасностью в отношении пищевых растений. Дополнительно, они не будут оказывать неблагоприятного воздействия на окружающую среду, оставаясь в почве более чем необходимо, проявляя, при этом, остаточную эффективность, или посредством утечки активного ингредиента в почву вне участка применения вследствие дождей и т.д.

30 Наилучший способ осуществления изобретения

В вышеуказанных формулах (I) или (II) алкил или алкильный фрагмент могут быть линейными или разветвленными и их конкретные примеры включают C₁₋₉алкил, такой как метил, этил, н-пропил, изопропил, н-бутил, изобутил, втор-бутил, трет-бутил, н-пентил, изопентил, неопентил, трет-пентил, н-гексил, изогексил, н-гептил, н-октил и н-нонил.

В указанной выше формуле (I) алкиленовый фрагмент может представлять собой C₁₋₉алкилен, такой как метилен, этилен, триметилен, тетраметилен, пентаметилен, гексаметилен, гептаметилен, октаметилен или нонаметилен.

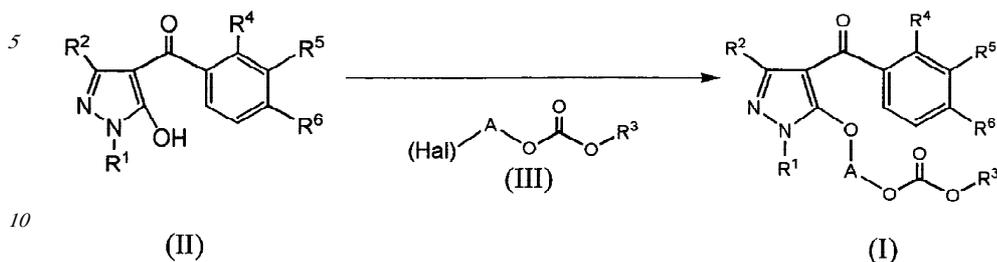
40 Соль соединения пиразола, представленного указанными выше формулами (I) или (II), включает все виды солей, поскольку они являются приемлемыми для сельского хозяйства. Примеры солей включают соли щелочных металлов, такие как натриевая соль и калиевая соль; соли щелочноземельных металлов, такие как магниевая соль и кальциевая соль; соли аминов, такие как соль диэтиламина и соль триэтиламина; соли неорганических кислот, такие как гидрохлорид, перхлорат, сульфат и нитрат; и соли органических кислот, такие как ацетат и метансульфонат.

45 В случае соединений пиразола, представленных указанными выше формулами (I) или (II), иногда могут присутствовать оптические изомеры, и настоящее изобретение включает все из таких изомеров. В данном описании соединение описано в виде смеси изомеров, если не указано иное.

50 Соединение пиразола, представленное указанными выше формулами (I) или (II), или его соль (далее в данном описании именуемые просто как соединение настоящего

изобретения), могут быть получены по следующей реакции и в соответствии с обычным способом получения соли.

(A)



где R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 и А являются такими, как определено выше, и Hal представляет собой галоген.

15 Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции.

20 Растворитель может, например, являться кетоном, таким как ацетон, этилметилкетон или диэтилкетон; галогенированным углеводородом, таким как метилхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; ароматическим углеводородом, таким как бензол, толуол, ксилол или нитробензол; сложным эфиром, таким как метилацетат, этилацетат или пропилацетат; апротонным полярным растворителем, таким как ацетонитрил, N,N-диметилформамид (DMFA), диметилсульфоксид (DMSO), диметилацетамид (DMA), триамид гексаметилфосфорной кислоты (HMPA) или сульфолан; или простым эфиром, таким как диэтиловый эфир, диоксан, тетрагидрофуран (ТГФ) или диметоксиэтан. В качестве растворителя может быть подходящим образом выбран один или более из них. Среди таких растворителей, предпочтительными являются, например, ароматические углеводороды.

30 Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии основания, как того требует ситуация. Основание может представлять собой, например, третичный амин, такой как триэтиламин или диизопропилэтиламин; пиридин, 4-(диметиламино)пиридин или 2,6-лутидин. Неорганическое основание может, например, представлять собой карбонат щелочного металла, такой как карбонат натрия или карбонат калия; гидрокарбонат щелочного металла, такой как гидрокарбонат натрия или гидрокарбонат калия; карбонат щелочно-земельного металла, такой как карбонат кальция или карбонат бария; гидроксид щелочного металла, такой как гидроксид натрия или гидроксид калия; или цианид щелочного металла, такой как цианид натрия или цианид калия. Что касается таких оснований, одно или более из них подходящим образом могут быть выбраны и смешаны для использования, в количестве обычно от 0,01 до 100, предпочтительно от 0,1 до 10 эквивалентов к соединению формулы (II).

45 Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии катализатора. Катализатор может представлять собой n-бутиламмонийбромид, n-бутиламмонийхлорид, тетра-n-бутилфосфонийбромид, йодид натрия или йодид калия. Среди таких катализаторов, предпочтительным является, например, n-бутиламмонийбромид. Один или более таких катализаторов могут быть подходящим образом выбраны или смешаны для использования в количестве, обычно составляющем от 0,0001 до 10 эквивалентов, предпочтительно от 0,001 до 1 эквивалента.

Указанная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции

обычно от 0°C до 150°C, предпочтительно от 50°C до 120°C в течение времени реакции обычно от 1 минуты до 48 часов, предпочтительно от 30 минут до 5 часов.

Так как соединение формулы (II) предназначено для использования в указанной выше реакции, его возможно использовать как полученное в виде соли посредством следующей реакции (B).

Соединение пиразола, представленное указанной выше формулой (II), содержит новое соединение, и может быть получено в соответствии со следующей реакцией (B).



15 где R¹, R², R⁴, R⁵ и R⁶ являются такими, как определено выше.

Конкретно, соединение, представленное формулой (II), может быть получено путем подвергания соединения, представленного формулой (IV), реакции перегруппировки.

20 Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции.

25 Растворитель может, например, являться галогенированным углеводородом, таким как метиленхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; ароматическим углеводородом, таким как бензол, толуол, ксилол или нитробензол; сложным эфиром, таким как метилацетат, этилацетат или пропилацетат; апротонным полярным

30 растворителем, таким как ацетонитрил, ДМФА, ДМСО, ДМА, НМРА или сульфолан; или простым эфиром, таким как диэтиловый эфир, диоксан, ТГФ или диметоксиэтан. В качестве растворителя может быть подходящим образом выбран один или более из них. Среди таких растворителей, предпочтительными являются, например, ароматический углеводород или апротонный полярный растворитель, и более предпочтительным является, например, ароматический углеводород, с которым смешан апротонный полярный растворитель. Когда апротонный полярный растворитель смешивают с ароматическим углеводородом, отношение смешивания составляет, например, обычно от 1 до 20 объемных частей, предпочтительно от 5 до 10

35 объемных частей, на 100 объемных частей ароматического углеводорода. Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии основания, как того требует ситуация. Основание может представлять собой либо органическое основание или неорганическое основание, и в качестве примера могут быть приведены, например, основания указанной выше реакции (A). Что касается таких оснований, одно или более из них подходящим образом могут быть выбраны и смешаны для использования, в количестве обычно от 0,01 до 100, предпочтительно от 0,1 до 10 эквивалентов к соединению формулы (IV). Среди таких оснований, 45 предпочтительным является, например, карбонат щелочного металла. Когда используют основание, соединение формулы (II) может иногда быть получено в виде соли. Даже когда соединение формулы (II) находится в виде соли, такая соль соединения формулы (II) может быть использована как таковая в качестве вещества для указанной выше реакции (A).

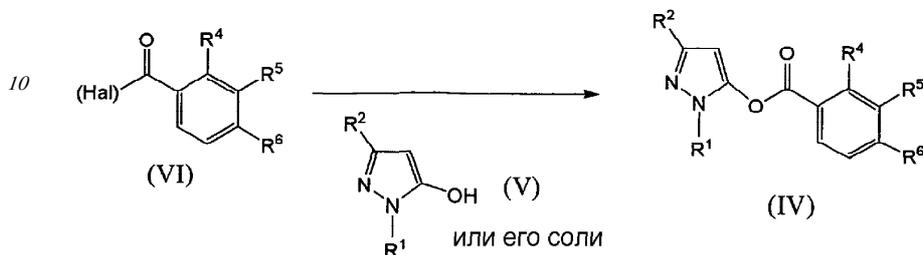
50 Дополнительно, в указанной выше реакции может быть добавлен катализатор, как того требует ситуация. В качестве такого катализатора может быть использован ацетонциангидрин в количестве от 0,01 до 10 эквивалентов к соединению

формулы (IV).

Указанная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции обычно от 0°C до 150°C, предпочтительно от 70°C до 150°C в течение времени реакции обычно от 1 минуты до 48 часов, предпочтительно от 30 минут до 5 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (IV), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (C).

(C)



где R¹, R², R⁴, R⁵, R⁶ и Hal являются такими, как определено выше.

Конкретно, соединение, представленное формулой (IV), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (V), или его соли, такой как гидрохлорид, сульфат или нитрат, с соединением формулы (VI).

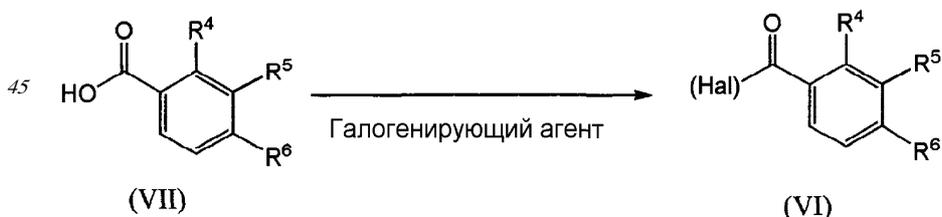
Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и в качестве примера могут быть приведены такие, как указано, например, для приведенной выше реакции (B). Один или более из них могут быть подходящим образом выбраны. Среди таких растворителей, предпочтительным является, например, ароматический углеводород.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии основания, как того требует ситуация. Основание может представлять собой либо органическое основание или неорганическое основания, и примерами таких оснований являются, например, представленные в указанной выше реакции (A). Что касается таких оснований, одно или более из них подходящим образом могут быть выбраны и смешаны для использования, в количестве обычно от 0,005 до 50, предпочтительно от 0,05 до 5 эквивалентов к соединению формулы (VI). Среди таких оснований, предпочтительным является, например, третичный амин.

Температура реакции для указанной выше реакции обычно составляет от 0°C до 150°C, предпочтительно от 10°C до 100°C, и время реакции обычно составляет от 1 минуты до 48 часов, предпочтительно от 30 минут до 5 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (VI), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (D).

(D)



где R⁴, R⁵, R⁶ и Hal являются такими, как определено выше.

В указанной выше реакции галогенирующий агент, такой как тионилхлорид или оксалилхлорид, подвергают взаимодействию в количестве обычно от 0,01 до 100, предпочтительно от 0,1 до 10 эквивалентов к соединению, представленному

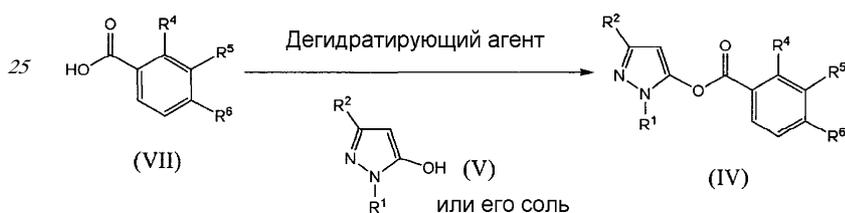
формулой (VII). Среди таких галогенирующих агентов предпочтительным является, например, тионилхлорид.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и могут быть приведены, например, такие растворители, как представлено в виде примера в указанной выше реакции (B). Один или более из них могут быть выбраны подходящим образом. Среди таких растворителей, предпочтительным является, например, ароматический углеводород или галогенированный углеводород, и более предпочтительным является, например, ароматический углеводород.

Для указанной выше реакции, может быть использован катализатор, как того требуют обстоятельства. Катализатором может, например, являться ДМФА. Катализатор может быть использован в количестве обычно от 0,001 до 1, предпочтительно от 0,01 до 0,5 эквивалентов к соединению, представленному формулой (VII).

Температура реакции для указанной выше реакции обычно составляет от 0°C до 150°C, предпочтительно от 10°C до 120°C, и время реакции обычно составляет от 1 минуты до 48 часов, предпочтительно от 30 минут до 5 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (IV), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (E), отличной от приведенных выше способов.



где R^1 , R^2 , R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше.

Конкретно, соединение, представленное формулой (IV), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (V), и его соли, такой как гидрохлорид, сульфат или нитрат, с соединением, представленным формулой (VII), посредством дегидратирующего агента.

Дегидратирующий агент для использования в указанной выше реакции может, например, представлять собой DCC (дициклогексилкарбодиимид) или гидрохлорид 1-этил-3-(3-диметиламинопропил)карбодиимида.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и могут быть приведены, например, такие растворители, как представлено в указанной выше реакции (B). Один или более из них могут быть выбраны подходящим образом.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии основания, как того требуют обстоятельства. Основание может представлять собой, например, третичный амин, такой как триэтиламин и диизопропилэтиламин; пиридин, 4-(диметиламино)пиридин или 2,6-лутидин. В качестве основания, одно или более из них может быть выбрано подходящим образом и смешано для использования в количестве от 1 до 100 эквивалентов к соединению, представленному формулой (VII).

Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C, в течение времени реакции, обычно составляющего от 1 минуты до 48 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (VII), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (F).



10 где R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше, и L представляет собой защитную группу, такую как алкил.

Соединение, представленное формулой (VII), может быть получено путем подвергания соединения, представленного формулой (VIII), гидролизу в присутствии

15 воды.
Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и может

20 являться, например, ароматическим углеводородом, таким как бензол, толуол или ксилол; апротонным полярным растворителем, таким как ацетонитрил, ДМФА, ДМСО, ДМА и НМРА или сульфолан; простым эфиром, таким как диэтиловый эфир, диоксан, ТГФ или димтоксиэтан; спиртом, таким как метанол или этанол; или водой. В качестве растворителя может быть выбран подходящим образом один или более из

25 них.
Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии основания или кислоты, как того требуют обстоятельства. Основание может представлять собой либо органическое или неорганическое основания, и в качестве примера могут быть

30 приведены такие из них, как представлены в указанной выше реакции (A). В качестве основания или кислоты одно или более из них может быть выбрано подходящим образом и смешано для использования в количестве от 1 до 100 эквивалентов к соединению, представленному формулой (VIII).

Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C , в течение времени реакции, обычно

35 составляющего от 1 минуты до 48 часов.
Среди соединений, представленных указанной выше формулой (VIII), соединение, где R^5 представляет собой R^{5-a-1} , может быть получено в соответствии со следующей



45 где R^{5-a-1} представляет собой алкокси, замещенный одним алкокси, R^{6-a-1} представляет собой алкилтио, и L, R^4 и R^6 являются такими, как определено выше.

50 Конкретно, соединение, представленное формулой (VIII-a-1), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (IX), с окисляющим агентом в присутствии растворителя.

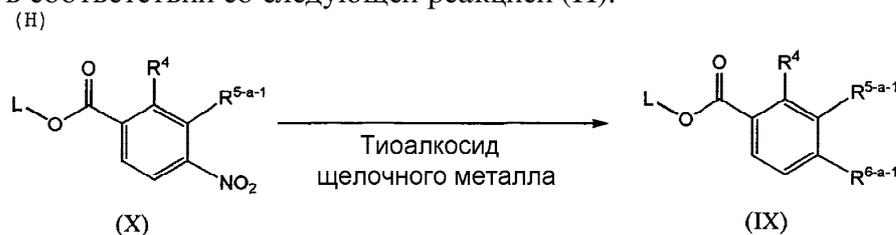
Окисляющий агент для использования в указанной выше реакции может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по

отношению к реакции, и может представлять собой, например, галогенированный углеводород, такой как метиленхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; кетон, такой как ацетон или метилэтилкетон; простой эфир, такой как диэтиловый эфир, диоксан, ТГФ или диметоксиэтан; или уксусную кислоту. В качестве

растворителя подходящим образом может быть использован один или более из них. Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C, в течение времени реакции, обычно составляющего от 1 минуты до 48 часов.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии катализатора, в зависимости от того, как этого требуют обстоятельства. Катализатор может представлять собой вольфрамат натрия или его гидрат.

Соединение, представленное указанной выше формулой (IX), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (H).



где L, R⁴, R^{5-a-1} и R^{6-a-1} являются такими, как определено выше.

Конкретно, соединение, представленное формулой (IX), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (X), с тиоалкоксидом щелочного металла.

Тиоалкоксид щелочного металла для использования в указанной выше реакции может, например, являться тиометоксидом натрия или тиоэтоксидом натрия.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и может являться, например, апротонным полярным растворителем, таким как ацетонитрил, ДМФА, ДМСО, ДМА, НМРА, сульфоланом или диметоксиэтаном. В качестве растворителя может быть выбран подходящим образом один или более из них.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C, в течение времени реакции, обычно составляющего от 1 минуты до 48 часов.

Соединение, представленное, указанной выше формулой (X) может быть получено в соответствии со следующей реакцией (I).



где R^α представляет собой алкил, замещенный одним алкокси, X является уходящей группой, такой как галоген или метансульфонилоксигруппа, и L, R⁴ и R^{5-a-1} являются такими, как определено выше.

Конкретно, соединение, представленное формулой (X), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (XI), с соединением, представленным формулой (XII), в присутствии основания.

Основание для использования в указанной выше реакции может представлять собой либо неорганическое основание или органическое основание. Органическое основание может представлять собой, например, триэтиламин, диизопропилэтиламин, пиридин, 4-(диметиламино)пиридин или 2,6-лутидин. Неорганическое основание может, например, представлять собой карбонат щелочного металла, такой как карбонат натрия или карбонат калия; гидроксид щелочного металла, такой как гидроксид натрия или гидроксид калия; или гидрид щелочного металла, такой как гидрид натрия или гидрид калия. В качестве основания одно или более из них подходящим образом могут быть выбраны и смешаны для использования, в количестве обычно от 0,5 до 100 эквивалентов к соединению формулы (XI).

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и могут быть приведены такие растворители, как представлено в качестве примера в указанной выше реакции (B). Один или более из них могут быть выбраны подходящим образом.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии катализатора, как того требуют обстоятельства. Катализатор может представлять собой, например, йодид калия или тетра-н-бутиламмониййодид.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C, в течение времени реакции, обычно составляющего от 1 минуты до 48 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (VIII-a-1), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (J), отличной от приведенного выше способа.

(J)



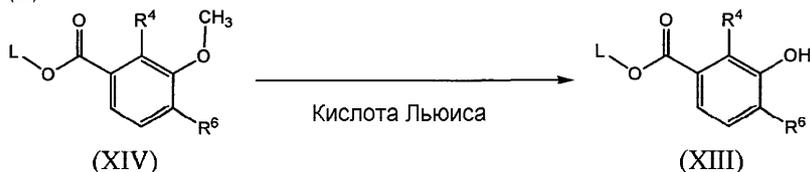
где L, R⁴, R^{5-a-1}, R⁶, R^α и X являются такими, как определено выше.

Конкретно, соединение, представленное формулой (VIII-a-1), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (XIII), с соединением, представленным формулой (XII), в присутствии основания.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена аналогично приведенной выше реакции (I).

Соединение, представленное указанной выше формулой (XIII), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (K).

(K)



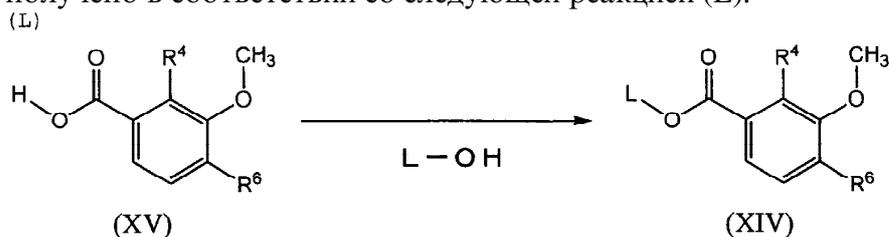
где R⁴, R⁶ и L являются такими, как определено выше.

Конкретно, соединение, представленное формулой (XIII), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (XIV), с кислотой Льюиса, такой как трибромид бора, хлорид алюминия или бромид железа.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и может представлять собой, например, галогенированный углеводород, такой как метиленхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; ароматический углеводород, такой как бензол, толуол или ксилол; сложный эфир, такой как метилацетат, этилацетат или пропилацетат. В качестве растворителя один или более из них могут быть выбраны подходящим образом.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C, в течение времени реакции, обычно составляющего от 1 минуты до 48 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (XIV), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (L).



где R^4 , R^6 и L являются такими, как определено выше.

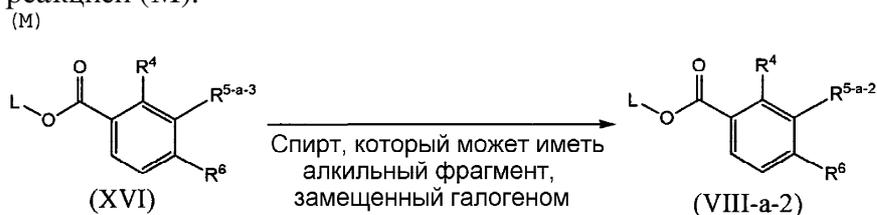
Конкретно, соединение, представленное формулой (XIV), может быть получено посредством реакции введения защитной группы L в соединение, представленное формулой (XV).

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и может представлять собой, например, ароматический углеводород, такой как бензол, толуол или ксилол; сложный эфир, такой как метилацетат, этилацетат или пропилацетат; галогенированный углеводород, такой как метиленхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; или апротонный полярный растворитель, такой как ацетонитрил, ДМФА, ДМСО, ДМА, НМРА или сульфолан. В качестве растворителя один или более из них могут быть выбраны подходящим образом.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии кислоты, как того требует ситуация. Кислота для использования в указанной выше реакции может представлять, например, хлористоводородную кислоту или серную кислоту.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C, в течение времени реакции, обычно составляющего от 1 минуты до 48 часов.

Среди соединений, представленных указанной выше формулой (VIII), соединение, где R^5 представляет собой R^{5-a-2} , может быть получено в соответствии со следующей реакцией (M).



где R^{5-a-2} представляет собой алкил, замещенный одним алкокси, R^{5-a-3}

представляет собой бромалкил, и L, R⁴ и R⁶ являются такими, как определено выше.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции, и может представлять собой, например, спирт, такой как метанол или этанол; сложный эфир, такой как метилацетат, этилацетат или пропилацетат; простой эфир, такой как диэтиловый эфир, диоксан, ТГФ или диметоксиэтан; или апротонный полярный растворитель, такой как ацетонитрил, ДМФА, ДМСО, ДМА, НМРА или сульфолан. В качестве растворителя один или более из них могут быть выбраны подходящим образом.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена в присутствии основания, как того требует ситуация. Основание может представлять собой, например, гидрид щелочного металла, такой как гидрид натрия или гидрид калия.

Приведенная выше реакция может быть осуществлена при температуре реакции, обычно составляющей от 0°C до 150°C, в течение времени реакции, обычно составляющего от 1 минуты до 48 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (VII), может быть получено в соответствии со следующей реакцией [N].



где R⁴, R⁶ и R⁵ являются такими, как определено выше, и Hal-1 представляет собой галоген.

Конкретно, соединение, представленное указанной выше формулой (VII), может быть получено путем взаимодействия соединения, представленного формулой (XVII), монооксида углерода или его эквивалента и H₂O в присутствии катализатора и основания.

Основание для использования в указанной выше реакции может представлять собой неорганическое основание или органическое основание. Органическое основание может, например, представлять собой триэтиламин, трибутиламин, диизобутилэтиламин, пиридин, 4-(диметиламино)пиридин или 2,6-лутидин. Неорганическое основание может, например, представлять собой карбонат щелочного металла, такой как карбонат натрия, карбонат калия или карбонат цезия; гидроксид щелочного металла, такой как гидроксид натрия или гидроксид калия; гидроксид щелочноземельного металла, такой как гидроксид кальция или гидроксид бария; ацетат щелочного металла, такой как ацетат натрия или ацетат калия. Одно или более из таких оснований может быть выбрано или смешано для использования в количестве, обычно составляющем от 0,1 до 100 эквивалентов, предпочтительно от 0,5 до 10 эквивалентов по отношению к соединению, представленному формулой (XVII). Среди таких оснований предпочтительным может быть карбонат щелочного металла.

Катализатор для использования в указанной выше реакции может, например, представлять собой металлический катализатор, например палладиевый катализатор, такой как хлорид палладия, ацетат палладия, тетраakis(трифенилфосфин)палладий, дихлорбис(трифенилфосфин)палладий, транс-ди(μ-ацетат)бис[о-(ди-о-толилфосфино)бензил]дипалладий или палладий на углероде; рутениевый

катализатор, такой как додекакарбонилтрирутений; или родиевый катализатор, такой как хлорбис(циклооктен)родий (I). Один или несколько таких катализаторов могут быть выбраны подходящим образом или смешаны для использования в количестве, обычно составляющем от 10^{-10} до 1 эквивалента, предпочтительно от 10^{-5} до 0,1 эквивалента, к соединению, представленному формулой (XVII). Среди таких катализаторов, предпочтительным может быть палладиевый катализатор.

Эквивалент монооксида углерода для применения в указанной выше реакции может представлять собой, например, гексакарбонил молибдена, муравьиную кислоту или хлороформ. Монооксид углерода или его эквивалент могут взаимодействовать в количестве от 1 до 1000 эквивалентов к соединению, представленному формулой (XVII), при необходимости при повышенном давлении. Давление может быть подходящим образом выбрано в интервале от 1 до 100 МПа, предпочтительно, от 1 до 10 МПа.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции. Он может, например, являться спиртом, таким как метанол, этанол, н-пропанол, изопропанол, н-бутиловый спирт, изобутиловый спирт, втор-бутиловый спирт или трет-бутиловый спирт; водой; галогенированным углеводородом, таким как метилхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; ароматическим углеводородом, таким как бензол, толуол, ксилол, нитробензол или хлорбензол; сложным эфиром, таким как метилацетат, этилацетат или пропилацетат; апротонным полярным растворителем, таким как ацетонитрил, ДМФА, ДМСО, ДМА, НМРА или сульфолан; или простым эфиром, таким как диэтиловый эфир, диоксан, тетрагидрофуран (ТГФ) или 1,2-диметоксиэтан. В качестве растворителя для использования может быть подходящим образом выбран один или более из таких растворителей. Среди таких растворителей, предпочтительным может являться, например, спирт, и дополнительно предпочтительным может быть, например, C_4 спирт.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии лиганда, как того требует ситуация. Лиганд может представлять собой, например, три-трет-бутилфосфин, трициклогексилфосфин, трифенилфосфин, три(о-толил)фосфин, 1,4-бис(дифенилфосфино)бутан, 1,3-бис(дифенилфосфино)пентан или 1,1'-бис(дифенилфосфино)ферроцен. Один или более из таких лигандов подходящим образом могут быть выбраны или смешаны для использования в количестве от 10^{-10} до 1 эквивалента, предпочтительно, от 10^{-5} до 1 эквивалента по отношению к соединению, представленному формулой (XVII).

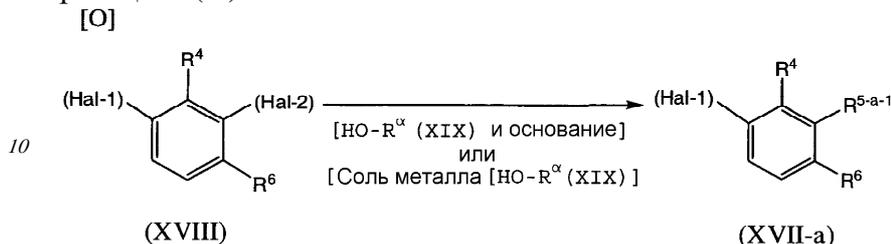
Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии сокатализатора, как того требует ситуация. Сокатализатор может, например, представлять собой галогенид щелочного металла, такой как хлорид натрия, хлорид калия, бромид натрия или бромид калия; или соль четвертичного аммония, такую как тетра(н-бутил)аммонийбромид. Один или несколько таких сокатализаторов подходящим образом могут быть выбраны или смешаны для использования в количестве от 0,001 до 1 эквивалента, предпочтительно, от 0,01 до 0,1 эквивалента по отношению к соединению, представленному формулой (XVII).

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии инертного газа, как того требует ситуация. Инертный газ может, например, представлять собой газообразный азот или газообразный аргон.

Температура реакции для указанной выше реакции обычно составляет от 0°C до

300°C, предпочтительно от 120°C до 180°C, и время реакции обычно составляет от 1 минуты до 72 часов, предпочтительно от 1 часа до 24 часов.

Среди соединений, представленных указанной выше формулой (XVII), соединение, где R⁵ представляет собой R^{5-a-1}, может быть получено в соответствии со следующей реакцией (O):



где R^α, Hal-1, R^{5-a-1}, R⁴ и R⁶ являются такими, как определено выше, и Hal-2 представляет собой галоген, при условии, что Hal-1 и Hal-2 могут быть одинаковыми или отличаются один от другого.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии основания, как того требует ситуация. Основание может представлять собой, например, карбонат щелочного металла, такой как карбонат натрия, карбонат калия или карбонат цезия; карбонат щелочноземельного металла, такой как карбонат кальция или карбонат бария; гидроксид щелочного металла, такой как гидроксид лития, гидроксид натрия или гидроксид калия; гидрид натрия или гидрид калия; щелочной литиевый реагент, такой как n-бутиллитий; амид натрия (NaNH₂); или реагент Гриньяра, такой как бромид метилмагния или хлорид изопропилмагния. Среди таких оснований, предпочтительными могут быть, например, гидроксид щелочного металла или карбонат щелочного металла, и более предпочтительным может быть гидроксид щелочного металла. Такие основания могут быть использованы в количестве обычно от 0,02 до 200 эквивалентов, предпочтительно от 0,2 до 20 эквивалентов, к соединению, представленному формулой (XVIII).

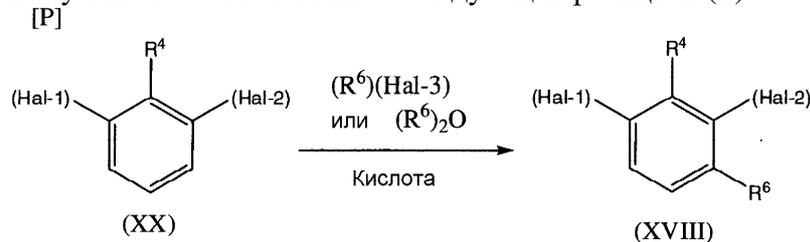
Соль металла соединения, представленного формулой (XIX), которая может быть использована в указанной выше реакции, может, например, представлять собой соль щелочного металла, такую как натриевая соль или калиевая соль. Соединение формулы (XIX) или его металлическая соль могут использоваться в пределах интервала, обычно составляющего от 0,01 до 100 эквивалентов, предпочтительно от 0,1 до 10 эквивалентов, по отношению к соединению формулы (XVIII).

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требует ситуация. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции и может, например, являться спиртом, таким как метанол, этанол или 2-метоксиэтанол; простым эфиром, таким как диэтиловый эфир, тетрагидрофуран, 1,4-диоксан, 1,2-диметоксиэтан или циклогексилметиловый эфир; апротонным полярным растворителем, таким как ДМФА, ДМСО, ДМА или сульфолан; неполярным растворителем, таким как галогенированный углеводород, такой как метиленхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; или ароматическим углеводородом, таким как бензол, толуол, ксилол, нитробензол или хлорбензол. Дополнительно, соединение, представленное формулой (XIX), может служить одновременно как в качестве реагента реакции, так и в качестве растворителя. В качестве растворителя может быть подходящим образом выбран один или более из них. Среди таких растворителей, предпочтительным может являться, например, неполярный растворитель, и более предпочтительным может быть, например, ароматический углеводород.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии инертного газа, как того требует ситуация. Инертный газ может, например, представлять собой газообразный азот или газообразный аргон.

Температура реакции для указанной выше реакции обычно составляет от 0°C до 200°C, предпочтительно от 70°C до 150°C, и время реакции обычно составляет от 1 минуты до 48 часов, предпочтительно от 30 минут до 10 часов.

Соединение, представленное указанной выше формулой (XVIII), может быть получено в соответствии со следующей реакцией (P).



где R^4 , R^6 Hal-1 и Hal-2 являются такими, как определено выше, Hal-3 представляет собой галоген, и Hal-1, Hal-2 и Hal-3 могут быть одинаковыми или отличаются друг от друга.

Кислота для использования в указанной выше реакции может, например, представлять собой кислоту Льюиса, такую как хлорид цинка, бромид цинка, хлорид алюминия, бромид алюминия, хлорид железа, хлорид висмута, хлорид индия, хлорид сурьмы, трибромид бора или бромид железа; метансульфоновая кислота, серная кислота или трифторметансульфоновая кислота, и ее можно использовать в интервале, обычно составляющем от 0,01 до 100 эквивалентов, предпочтительно от 0,1 до 10 эквивалентов, по отношению к соединению, представленному формулой (XX). Одна или несколько таких кислот могут быть использованы подходящим образом. Среди таких кислот, предпочтительным может быть, например, хлорид железа.

Алкилсульфонилгалогенид $[(R^6)(Hal-3)]$ или ангидрид алкилсульфоновой кислоты $[(R^6)_2O]$ для применения в указанной выше реакции могут быть использованы в интервале, обычно от 0,01 до 100 эквивалентов, предпочтительно от 0,1 до 10 эквивалентов по отношению к соединению, представленному формулой (XX). Галоген в алкилсульфонилгалогениде может, например, представлять собой фтор, хлор, бром или йод. Среди алкилсульфонилгалогенида или ангидрида алкилсульфоновой кислоты, предпочтительным может быть, например, алкилсульфонилгалогенид.

Указанная выше реакция может быть осуществлена в присутствии растворителя, как того требуют обстоятельства. Растворитель может представлять собой любой растворитель, если только он является инертным по отношению к реакции и может, например, являться галогенированным углеводородом, таким как метилхлорид, хлороформ, дихлорэтан или трихлорэтан; дисульфидом углерода или нитрометаном. Один или несколько таких растворителей подходящим образом могут быть выбраны для применения. Дополнительно, соединение, представленное формулой (XX), может служить одновременно как в качестве реагента реакции, так и в качестве растворителя.

Температура реакции для указанной выше реакции обычно составляет от 0°C до 250°C, предпочтительно от 100°C до 150°C, и время реакции обычно составляет от 1 минуты до 48 часов, предпочтительно от 30 минут до 12 часов.

Когда реакционную смесь, содержащую соединение формулы (XVIII) и кислоту, полученную после указанной реакции оставляют охлаждаться, постепенно добавляют неорганическую кислоту и спиртовой растворитель, благодаря чему, даже после

завершения охлаждения, реакционная смесь не будет отверждаться, являясь, таким образом, преимущественной с точки зрения эффективности манипуляций, и имеет место, тенденция к простому получению продукта соединения формулы (XVIII) с небольшими примесями. Неорганическая кислота для применения в данном случае может представлять собой хлористоводородную кислоту, серную кислоту, азотную кислоту или их смесь, и предпочтительной может быть, например, хлористоводородная кислота. Дополнительно, спиртовой растворитель может представлять собой, например, метанол, этанол, н-пропанол, изопропанол, н-бутанол, втор-бутанол, изопропанол или трет-бутанол, и предпочтительным может быть, например, С₃ спирт, такой как н-пропанол или изопропанол. Порядок добавления неорганической кислоты и спиртового растворителя может быть таким, что либо один добавляют сначала, или оба могут быть добавлены одновременно. Однако предпочтительно, чтобы неорганическую кислоту добавляли постепенно и затем добавляли спиртовой растворитель таким образом, чтобы температура реакционной смеси быстро не снижалась, и чтобы смесь не отверждалась при добавлении.

Соединения настоящего изобретения обладают превосходным гербицидным действием, когда их применяют в качестве активного ингредиента гербицидов.

Диапазон применения распространяется на сельскохозяйственные поля, такие как орошаемые поля, поля зерновых культур, сады и тутовые поля, и несельскохозяйственные поля, такие как лесная земля, проселочные дороги, игровые площадки и места расположения заводов. Способ внесения может подходящим образом быть выбран из внесения в почву, нанесения на листву, водного нанесения и т.д.

Соединения настоящего изобретения обладают способностью бороться с широким рядом нежелательных сорняков, таких как злаковые, такие как ежовник обыкновенный (*Echinochloa crus-galli* L., *Echinochloa oryzicola* Vasing.), росичка (*Digitaria sanguinalis* L., *Digitaria ischaemum* Muhl., *Digitaria adscendens* Henr., *Digitaria microbachne* Henr., *Digitaria horizontalis* Willd.), щетинник зеленый (*Setaria viridis* L.), щетинник гигантский (*Setaria faberi* Herrm.), щетинник желтый (*Setaria lutescens* Hubb.), элевзина индийская (*Eleusine indica* L.), овсюг (*Avena fatua* L.), сорго алепское (*Sorghum halepense* L.), пырей (*Agropyron repens* L.), александра трава (*Brachiaria plantaginea*), просо крупное (*Panicum maximum* Jacq.), паратрава (*Panicum purpurascens*), лептохля (*Leptochloa chinensis*), красная лептохля (*Leptochloa panicea*), мятлик однолетний (*Poa annua* L.), лисохвост (*Alopecurus myosuroides* Huds.), бородач (*Agropyron tsukushiense* (Honda) Ohwi), ветвянка (*Brachiaria platyphylla* Nash), южная гертнерия (*Cenchrus echinatus* L.), плевел многоцветковый (*Lolium multiflorum* Lam.) и свиной пальчатый (*Cynodon dactylon* Pers.); осоковые, такие как рисовая сыть (*Cyperus iria* L.), пурпурная сыть (*Cyperus rotundus* L.), чуфа (*Cyperus esculentus* L.), Японский камыш (*Scirpus juncoides*), сыть (*Cyperus serotinus*), малоцветная сыть (*Cyperus difformis*), бухарник рыхлый (*Eleocharis acicularis*) и водный каштан (*Eleocharis kuroguwai*); *alismataceae*, такие как Японский ленточный вапало (*Sagittaria pygmaea*), стрелолист (*Sagittaria trifolia*) и узколистная частуха (*Alisma canaliculatum*); *pontederiaceae*, такие как монохория (*Monochoria vaginalis*) и монохория дикая (*Monochoria korsakowii*); *scrophulariaceae*, такие как ложный бедренец (*Lindernia ruxidaria*) и абунеме (*Dopatrium junceum*); *lythraceae*, такие как toothcup (*Rotala india*), и красный стебель (*Ammannia multiflora*); *elatinaceae*, такие как long stem waterwort (*Elatine triandra* SCHK.); мальвовые, такие как канатник Теофраста (*Abutilon theophrasti* MEDIC.) и сида колючая (*Sida spinosa* L.); сложноцветные, такие как дурнишник

обыкновенный (*Xanthium strumarium* L.), амброзия обыкновенная (*Ambrosia elatior* L.), чертополох (*Breca setosa* (BIEB.) KITAM.), hairy galinsoga (*Galinsoga ciliata* Blake), дикая ромашка (*Matricaria chamomilla* L.); пасленовые, такие как черный паслен (*Solanum nigrum* L.) и дурман вонючий (*Datura stramonium*); амарантовые, такие как амарант тонкий (*Amaranthus viridis* L.) и амарант (*Amaranthus retroflexus* L.); polygonaceae, такие как бледный горчак (*Polygonum lapathifolium* L.), женский гребень (*Polygonum persicaria* L.), горец вьющийся (*Polygonum convolvulus* L.) и горец птичий (*Polygonum aviculare* L.); крестоцветные, такие как мятлик осенний (*Cardamine flexuosa* WITN.), ворсянка (*Capsella bursa-pastoris* Medik.) и индийская горчица (*Brassica juncea* Czern.); convolvulaceae, такие как высокая ипомея (*Ipomoea purpurea* L.), вьюнок полевой (*Calystegia arvensis* L.) и иволлистная ипомея (*Ipomoea hederacea* Jacq.); Chenopodiaceae, такие как common lambsquarters (*Chenopodium album* L.) и мексиканский бересклет (*Kochia scoraria* Schrad.); Портулаковые, такие как портулак огородный (*Portulaca oleracea* L.); бобовые, такие как резуха (*Cassia obtusifolia* L.); Caryophyllaceae, такие как звездчатка средняя (*Stellaria media* L.); губоцветные, такие как яснотка (*Lamium amplexicaule* L.); rubiaceae, такие как подмаренник (*Galium spurium* L.); euphorbiaceae, такие как трехсеменная грушанка (*Acalypha australis* L.); и коммелиновые, такие как коммелина обыкновенная (*Commelina communis* L.).

Следовательно, их можно эффективно применять для селективной борьбы с вредными сорняками или неселективной борьбы с вредными сорняками при выращивании полезных культур, таких как кукуруза (*Zea mays* L.), соя (*Glycine max* Merr.), хлопок (*Gossypium* spp.), пшеница (*Triticum* spp.), рис (*Oryza sativa* L.), ячмень (*Hordeum vulgare* L.), рожь (*Secale cereale* L.), овес (*Avena sativa* L.), сорго (*Sorghum bicolor* Moench), капуста (*Brassica napus* L.), подсолнечник (*Helianthus annuus* L.), сахарная свекла (*Beta vulgaris* L.), сахарный тростник (*Saccharum officinarum* L.), японский газон (*Zoysia japonica* Steud.), арахис (*Arachis hypogaea* L.), лен (*Linum usitatissimum* L.), табак (*Nicotiana tabacum* L.) и кофе (*Coffea* spp.). Конкретно, соединения настоящего изобретения эффективно применяют для селективного уничтожения вредных сорняков при культивировании кукурузы, сои, хлопка, ржи, риса, капусты, подсолнечника, сахарной свеклы, сахарного тростника, японского газона, арахиса, льна, табака, кофе и т.п. и среди них, особенно кукурузы, ржи, риса, японского газона и т.п. При культивировании таких зерновых, например при культивировании кукурузы, среди указанных вредных сорняков, злаковые и мальвовые представляют собой, например, типичные вредные сорняки, а щетинник зеленый, просо крупное и канатник Теофраста, принадлежащие к ним, могут, например, быть указаны, как трудно уничтожаемые сорняки. Обладая безопасностью по отношению к хлебным злакам, соединения настоящего изобретения могут применяться особенно эффективно не только для борьбы с указанными вредными сорняками, но также для борьбы с трудноуничтожаемыми вредными сорняками, такими как щетинник зеленый, просо крупное, бухарник шерстистый и щетинник гигантский.

Соединение настоящего изобретения может быть смешано с различными сельскохозяйственными добавками и внесено в виде различных композиций, таких как дусты, гранулы, гранулы, диспергируемые в воде, смачиваемые порошки, таблетки, пилюли, капсулы (включая композицию, запечатанную посредством водорастворимой пленки), суспензии на водной основе, суспензии на масляной основе, микроэмульсии, суспензии, водорастворимые порошки, эмульгируемые концентраты, растворимые концентраты или пасты. Его можно формовать в любую

композицию, которую обычно используют в данной области, благодаря этому достигается цель настоящего изобретения.

Добавки для использования в композиции включают, например, твердый носитель, такой как диатомитовая земля, гашеная известь, карбонат кальция, тальк, белый уголь, каолин, бентонит, смесь каолинита и серицита, глина, карбонат натрия, бикарбонат натрия, мирабилит, цеолит или крахмал; растворитель, такой как вода, толуол, ксилол, растворитель нафта, диоксан, ацетон, изофорон, метилизобутилкетон, хлорбензол, циклогексане, диметилсульфоксид, N,N-диметилформамид, диметилацетамид, N-метил-2-пирролидон или спирт; анионогенное поверхностно-активное вещество, такое как соль жирной кислоты, бензоат, алкилсульфосукцинат, диалкилсульфосукцинат, поликарбоксилат, соль сложного эфира алкилсерной кислоты, алкилсульфат, алкиларилсульфат, сульфат алкилдигликолевого эфира, соль сложного эфира спирта и серной кислоты, алкилсульфонат, алкиларилсульфонат, арилсульфонат, лигнинсульфонат, дисульфонат алкилдифенилового эфира, полистиролсульфонат, соль сложного эфира алкилфосфорной кислоты, алкиларилфосфат, стирларилфосфат, соль сложного эфира полиоксиэтиленалкилового эфира и серной кислоты, сульфат полиоксиэтиленалкиларилового эфира, соль сложного эфира полиоксиэтиленалкиларилового эфира и серной кислоты, фосфат полиоксиэтиленалкилового эфира, соль сложного эфира полиоксиэтиленалкиларилфосфорной кислоты, соль сложного эфира полиоксиэтиленарилового эфира фосфорной кислоты, нафталинсульфонат, конденсированный с формальдегидом, или алкилнафталинсульфонат, конденсированный с формальдегидом; неионогенное поверхностно-активное вещество, такое как сложный эфир сорбитана и жирной кислоты, сложный эфир глицерина и жирной кислоты, полиглицерид жирной кислоты, эфир жирной кислоты и полиглицолевого спирта, ацетиленгликоль, ацетиленовый спирт, оксиалкиленовый блок-полимер, полиоксиэтиленалкиловый эфир, полиоксиэтиленалкилариловый эфир, полиоксиэтиленстирлариловый эфир, алкиловый эфир полиоксиэтилена, полиэтиленгликоль, сложный эфир полиоксиэтилена и жирной кислоты, сложный эфир полиоксиэтиленсорбитана и жирной кислоты, сложный эфир полиоксиэтиленглицерина и жирной кислоты, полиоксиэтиленовое гидрированное касторовое масло или сложный эфир полиоксипропилена и жирной кислоты; и растительное масло или минеральное масло, такое как оливковое масло, масло капока, касторовое масло, пальмовое масло, масло камелии, кокосовое масло, кунжутное масло, кукурузное масло, масло из рисовых отрубей, арахисовое масло, хлопковое масло, соевое масло, рапсовое масло, льняное масло, тунговое масло или жидкие парафины. Такие добавки подходящим образом могут быть выбраны для применения по отдельности или в комбинации как смесь двух или более из них, благодаря чему достигается цель настоящего изобретения. Дополнительно, среди известных в данной области, подходящим образом могут быть выбраны для применения добавки, отличные от указанных выше. Например, могут применяться различные обычно используемые добавки, такие как наполнитель, загуститель, агент против осаждения, антифриз, стабилизатор дисперсии, антидот, агент против плесневых грибков, вспениватель, дезинтегратор и связующее. Массовое отношение смешивания соединения настоящего изобретения к таким различным добавкам может составлять от 0,1:99,9 до 95:5, предпочтительно от 0,2:99,8 до 85:15.

Доза гербицида, содержащего соединение настоящего изобретения, не может быть

определена в общем случае, так как она изменяется в зависимости от погодных условий, состояний почвы, типа композиции, типа сорняков, подлежащих уничтожению, времени года при внесении и т.д. Однако его обычно вносят в количестве соединения настоящего изобретения от 0,1 до 5000 г, предпочтительно от 0,5 до 1000 г, более предпочтительно от 1 до 500 г на гектар. Настоящее изобретение включает такой способ для борьбы с нежелательными сорняками, посредством таких внесений гербицида.

Дополнительно, гербицид, содержащий соединение настоящего изобретения, может быть смешан с или может применяться в комбинации с другими сельскохозяйственными химикатами, удобрениями или средствами для снижения фитотоксичности, благодаря чему иногда могут быть получены синергистические эффекты или активности. Такие другие сельскохозяйственные химикаты включают, например, гербицид, фунгицид, антибиотик, гормон растения и инсектицид. Особенно в случае смешанной гербицидной композиции, содержащей соединение настоящего изобретения, смешанное с или применяемое в комбинации с одним или несколькими активными соединениями других гербицидов, диапазон сорняков, подлежащих уничтожению, время внесения композиции, гербицидные активности и т.д. могут быть улучшены в предпочтительных направлениях. Соединение настоящего изобретения и активные соединения других гербицидов могут быть раздельно составлены, так что они могут быть смешаны для использования во время нанесения или их можно составлять вместе. Настоящее изобретение включает такую смешанную гербицидную композицию.

Отношение смешивания соединения настоящего изобретения к активным соединениям других гербицидов не может быть определено в общем случае, так как оно изменяется в зависимости от погодных условий, состояний почвы, типа композиции, типа сорняков, подлежащих уничтожению, времени внесения, способа внесения и т.д., но другие гербициды смешивают в количестве от 0,001 до 10000 массовых частей, предпочтительно от 0,01 до 1000 массовых частей на один тип активного соединения, в расчете на 1 массовую часть соединения настоящего изобретения. Дополнительно, доза для внесения является такой, что общее количество активных соединений составляет от 0,1 до 10000 г, предпочтительно от 0,2 до 5000 г, более предпочтительно от 10 до 3000 г, на гектар. Настоящее изобретение включает способ борьбы с нежелательными сорняками путем внесения такой смешанной гербицидной композиции.

Еще одно гербицидно-активное соединение включает, например, следующие соединения (общепринятые названия, включая соединения, на которые подана заявка на разрешение от ISO). Даже если конкретно не указано, в случае, где такие соединения имеют соли, сложные алкиловые эфиры и т.д., они, конечно, все включены.

(1) Такие вещества, которые, как полагают, проявляют гербицидную активность посредством нарушения гормональной активности растений, например, принадлежащие к фенокси типу, такие как 2,4-D, 2,4-D-бутотил, 2,4-D-бутил, 2,4-D-диметиламмоний, 2,4-D-диоламин, 2,4-D-этил, 2,4-D-2-этилгексил, 2,4-D-изобутил, 2,4-D-изооктил, 2,4-D-изопропил, 2,4-D-изопропиламмоний, 2,4-D-натрий, 2,4-D-изопропаноламмоний, 2,4-D-троламин, 2,4-DB, 2,4-DB-бутил, 2,4-DB-диметиламмоний, 2,4-DB-изооктил, 2,4-DB-калий, 2,4-DB-натрий, дихлорпроп, дихлорпроп-бутотил, дихлорпроп-диметиламмоний, дихлорпроп-изооктил, дихлорпроп-калий, дихлорпроп-Р, дихлорпроп-Р-диметиламмоний, дихлорпроп-Р-калий, дихлорпроп-Р-натрий, МСРА, МСРА-бутотил, МСРА-диметиламмоний, МСРА-2-

этилгексил, МСРА-калий, МСРА-натрий, МСРА-тиоэтил, МСРВ, МСРВ-этил, МСРВ-натрий, мекопроп, мекопроп-бутотил, мекопроп-натрий, мекопроп-Р, мекопроп-Р-бутотил, мекопроп-Р-диметиламмоний, мекопроп-Р-2-этилгексил, мекопроп-Р-калий, 5
напроанилид или кломепроп; принадлежащие к типу ароматических карбоновых кислот, такие как 2,3,6-ТВА, дикамба, дикамба-бутотил, дикамба-дигликольамин, дикамба-диметиламмоний, дикамба-диоламин, дикамба-изопропиламмоний, дикамба-калий, дикамба-натрий, диклобенил, пиклорам, пиклорам-диметиламмоний, пиклорам-изооктил, пиклорам-калий, пиклорам-триизопропаноламмоний, пиклорам-10
триизопропиламмоний, пиклорам-троламин, триклопир, триклопир-бутотил, триклопир-триэтиламмоний, допиралид, допиралид-оламин, допиралид-калий, допиралид-триизопропаноламмоний или аминопиралид; и другие, такие как напталам, напталам-натрий, беназолин, беназолин-этил, хинклорак, хинмерак, дифлуфензопир, дифлуфензопир-натрий, флуроксипир, флуроксипир-2-бутоксид-1-метилэтил, 15
флуроксипир-метил, хлорфлуренол или хлорфлуренол-метил.

(2) Такие вещества, которые, как полагают, проявляют гербицидную активность путем ингибирования фотосинтеза растений, например, принадлежащие к типу мочевины, такие как хлортолурун, диурон, флуометурон, линурон, изопротурон, 20
метобензурун, тебутиурон, димефурон, изоурон, карбутилат, метобензтиазурон, метоксурон, монолинурун, небурон, сидурон, тербуметон или триэтазин; типа триазина, такие как симазин, атразин, атратон, симетрин, прометрин, диметаметрин, гексазион, метрибузин, тербутилазин, цианазин, аметрин, цибутрин, триазифлам, тербутрин, пропазин, метамитрон, прометон или индазифлам; типа урацила, такие как 25
бромацил, бромацил-литий, ленацил или тербацил; анилидного типа, такие как пропанил или ципромид; карбаматного типа, такие как свеп, дезмедифам или фенмедифам; гидроксibenзонитрильного типа, такие как бромоксинил, бромоксинил-октаноат, бромоксинил-гептаноат, иоксинил, иоксинил-октаноат, иоксинил-калий или 30
иоксинил-натрий; и другие, такие как пиридат, бентазон, бентазон-натрий, амикарбазон, метазол или пентахлор.

(3) Типа четвертичных аммониевых солей, такие как паракват или дикват, которые, как полагают, преобразуются в свободные радикалы сами собой с образованием 35
активного кислорода в организме растений, и показывают быструю гербицидную активность.

(4) Такие вещества, которые, как полагают, проявляют гербицидную активность путем ингибирования биосинтеза хлорофилла в растениях и аномально 40
аккумулирующие фотосенсибилизирующее пероксидное вещество в организме растения, например, типа дифенилового эфира, такие как нитрофен, хлорметоксифен, бифенокс, ацифлуорфен, ацифлуорфен-натрий, фомезафен, фомезафен-натрий, оксифлуорфен, лактофен, аклонифен, этоксифен-этил(НС-252), фторгликофторгликофен-этил или фторгликофен; типа циклического имида, такие как 45
хлофталим, флумиоксазин, флумиклорак, флумиклорак-пентил, цинидон-этил или флутиацет-метил; и другие, такие как оксадиаргил, оксадиазон, сульфентразон, карфентразон-этил, тидиазимин, пентоксазон, азафенидин, изопропазол, пирафлуфен-этил, бензфендизон, бутафенацил, сафлуфенацил, флупоксам, флуазолат, профлуазол, пираклонил, флуфенпир-этил или бенкарбазон.

(5) Такие вещества, которые как полагают, проявляют гербицидное действие, характеризующее отбеливающими активностями, путем ингибирования хромогенеза в 50
растениях, действуя на каротиноиды, например, типа пиридазинона, такие как норфлуразон, хлоридазон или метфлуразон; типа пиразола, такие как пиразолинат,

пиразоксифен, бензофенар, топромезон (BAS-670H) или пирасульфотол; и другие, такие как амитрол, флуридон, флуртамон, дифлуфеникан, метоксифенон, кломазон, сулкотрион, мезотрион, темботрион, тефурилтрион (AVH-301), изоксафлутол, дифензокват, дифензокват-метилсульфат, изоксахлортол, бензобициклон,

пиколинафен или бифлубутамид.

(6) Такие вещества, которые проявляют сильные гербицидное действие конкретно по отношению к злаковым растениям, например, типа арилоксифеноксипропионовой кислоты, такие как диклофоп-метил, диклофоп, пирифеноп-натрий, флуазифоп-бутил, флуазифоп, флуазифоп-Р, флуазифоп-Р-бутил, галоксифоп-метил, галоксифоп, галоксифоп-этил, галоксифоп-Р, галоксифоп-Р-метил, хизалофоп-этил, хизалофоп-Р, хизалофоп-Р-этил, хизалофоп-Р-тефурил, цигалофоп-бутил, феноксапроп-этил, феноксапроп-Р, феноксапроп-Р-этил, метамифоп-пропил, метамифоп, клодинафоп-пропаргил, клодинафоп или пропахизафоп, типа циклогександиона, такие как аллоксидим-натрий, аллоксидим, клетодим, сетоксидим, тралкоксидим, бутроксидим, тепралоксидим, профоксидим или циклоксидим; или другие, такие как флампроп-М-метил, флампроп-М или флампроп-М-изопропил.

(7) Такие вещества, которые, как полагают, проявляют гербицидную активность посредством ингибирования биосинтеза аминокислот в растениях, например, типа сульфонилмочевины, такие как хлоримурон-этил, хлоримурон, сульфометурон-метил, сульфометурон, примисульфурон-метил, примисульфурон, бенсульфурон-метил, бенсульфурон, хлорсульфурон, метсульфурон-метил, метсульфурон, циносульфурон, пиразосульфурон-этил, пиразосульфурон, флазасульфурон, римсульфурон, никосульфурон, имазосульфурон, циклосульфамурон, просульфурон, азимсульфурон, флупирсульфурон-метил-натрий, флупирсульфурон, трифлусульфурон-метил, трифлусульфурон, галосульфурон-метил, галосульфурон, тифенсульфурон-метил, тифенсульфурон, этоксисульфурон, оксасульфурон, этаметсульфурон, этаметсульфурон-метил, йодсульфурон, йодсульфурон-метил-натрий, сульфосульфурон, триасульфурон, трибенурон-метил, трибенурон, тритосульфурон, форамсульфурон, трифлорисульфурон, трифлорисульфурон-натрий, мезосульфурон-метил, мезосульфурон, ортосульфамурон, флуцетосульфурон, амидосульфурон, пропирисульфурон (TH-547), NC-620, соединение, раскрытое в WO2005092104; типа триазолопиримидиндинесульфонамида, такие как флуметсулам, метосулам, диклосулам, клорансулам-метил, флорасулам, пенокксулам или пирокксулам; типа имидазолинона, такие как имазапир, имазапир-изопропиламмоний, имаэтапир, имаэтапир-аммоний, имазахин, имазахин-аммоний, имазамокс, имазамокс-аммоний, имазаметабенз, имазаметабенз-метил или имазапик; типа пиримидинсалициловой кислоты, такие как пиритиобак-натрий, биспиритиобак-натрий, пириминобак-метил, пирибензоксим, пирифталид, пиримисульфат (KUH-021); типа сульфониламинокарбонилтриазолинона, такие как флукарбазон, флукарбазон-натрий, пропоксикарбазон-натрий или пропоксикарбазон; и другие, такие как глифозат, глифозат-натрий, глифозат-калий, глифозат-аммоний, глифозат-диаммоний, глифозат-изопропиламмоний, глифозат-тримезиум, глифозат-сесквинатрий, глуфозинат, глуфозинат-аммоний, глуфозинат-Р, глуфозинат-Р-аммоний, глуфозинат-Р-натрий, биланафос, биланафос-натрий или цинметилин.

(8) Такие вещества, которые, как полагают, проявляют гербицидную активность посредством ингибирования митозов клеток растений, например, типа динитроанилина, такие как трифлуралин, оризалин, нитралин, пендиметалин, эталфлуралин, бенфлуралин, продиамин, бутралин или динитрамин; амидного типа,

такие как бенсулид, напропамид, пропизамид или пропамид; фосфорорганического типа, такие как амипрофос-метил, бутаифос, анилофос или пиперофос; фенилкарбаматного типа, такие как пропхам, хлорпропхам, барбан или карбетамид; типа кумиламина, такие как даимурон, кумилурон, бромобутид или метилдимрон; и другие такие как асулам, асулам-натрий, дитиопир, тиазопир, хлортал-диметил, хлортал или дифенамид.

(9) Такие вещества, которые, как полагают, проявляют гербицидную активность посредством ингибирования биосинтеза белков или биосинтеза липидов растений, например, типа хлорацетамида, такие как алахлор, метазахлор, бутахлор, претилахлор, метолахлор, S-метолахлор, тенилхлор, петоксамид, ацетохлор, пропахлор, диметенамид, диметенамид-Р, пропизохлор или диметахлор; типа тиокарбамата, такие как молинат, димепиперат, пирибутикарб, ЕРТС, бутилат, вернолат, пебулат, циклоат, просульфоккарб, эспрокарб, тиобенкарб, диаллат, триаллате или орбенкарб; и другие, такие как этобензанид, мефенацет, флуфенацет, тридифан, кафенстрол, фентразамид, оксазикломефон, инданофан, бенфуресат, пироксасульффон (КН-485), далапон, далапон-натрий, ТСА-натрий или трихлоруксусная кислота.

(10) MSMA, DSMA, CMA, эндоталл, эндоталл-дикалий, эндоталл-натрий, эндоталл-моно(N,N-диметилалкиламмоний), этофумезат, хлорат натрия, пеларгоновая кислота, нонановая кислота, фозамин, фозамин-аммоний, пиноксаден, ирфенкарбазон (НОК-201), аклолеин, сульфамат аммония, боракс, хлоруксусная кислота, хлорацет натрия, цианамид, метиларсоновая кислота, диметиларсиновая кислота, диметиларсинат натрия, динотерб, динотерб-аммоний, динотерб-диоламин, динотерб-ацетат, DNOC, сульфат железа, флупропанат, флупропанат-натрий, изоксабен, мефлуидид, мефлуидид-диоламин, метам, метам-аммоний, метам-калий, метам-натрий, метилизотиоцианат, пентахлорфенол, пентахлорфеноксид натрия, пентахлорфенола лаурат, хинокламин, серная кислота, сульфат мочевины, и т.д.

(11) Такие организмы, которые, как полагают, проявляют гербицидное действие, паразитируя на растениях, такие как *Xanthomonas campestris*, *Epicoccosirus nematosorus*, *Epicoccosirus nematosperus*, *Exserohilum monoseras* или *Drechsrela monoceras*.

Теперь, ниже будут приведены предпочтительные варианты осуществления настоящего изобретения, но следует понимать, что настоящее изобретение никаким образом ими не ограничено.

(1) 1-(4-(3-(Этоксиметил)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1-метил-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбонат (следующее соединение №1-1).

(2) Метил 3-(5-(1-(метоксикарбонилокси)этокси)-1-метил-1Н-пиразол-4-карбонил)-2-метил-6-(метилсульфонил)бензоат (следующее соединение №1-2).

(3) 1-(4-(3-(метоксиметил)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1-метил-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбонат (следующее соединение №1-3).

(4) 1-(4-(3-(Этоксиметил)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1-метил-1Н-пиразол-5-илокси)этилэтилкарбонат (следующее соединение №1-4).

(5) Этил 1-(4-(3-(2-изопропоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1-метил-1Н-пиразол-5-илокси)этилкарбонат (следующее соединение №1-5).

(6) 1-(4-(3-(2-Метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1,3-диметил-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбонат (следующее соединение №1-6).

(7) 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбонат (следующее соединение №2-1).

(8) Метил 3-(5-(1-(метоксикарбонилокси)этокси)-1-этил-1Н-пиразол-4-карбонил)-2-

метил-6-(метилсульфонил)бензоат (следующее соединение №2-2).

(9) Этил 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-3-метил-1Н-пиразол-5-илокси)этилкарбонат (следующее соединение №2-3).

5 (10) Этил 1-(1-н-пропил-4-(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1Н-пиразол-5-илокси)этилкарбонат (следующее соединение №3-1).

(11) 1-(1-Изопропил-4-(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбонат (следующее соединение №4-1).

10 (12) (5-гидрокси-1-метил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-изопропилэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетон (следующее соединение №5-1).

(13) (5-гидрокси-1,3-диметил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетон (следующее соединение №5-2).

15 (14) (5-гидрокси-1-метил-3-этил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетон (следующее соединение №5-3).

(15) (1-этил-5-гидрокси-3-метил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетон (следующее соединение №6-1).

20 (16) (5-гидрокси-1-н-пропил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетон (следующее соединение №7-1).

(17) (5-гидрокси-1-изопропил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетон (следующее соединение №8-1).

(18) (5-гидрокси-1-изопропил-3-метил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетон (следующее соединение №8-2).

25 (19) Металлическая соль (5-гидрокси-1-этил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона.

(20) Калиевая соль (5-гидрокси-1-этил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона.

30 (21) Натриевая соль (5-гидрокси-1-этил-1Н-пиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтоксид)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона.

(22) Гербицидная композиция, содержащая соединение пиразола по указанным выше (1)-(21) или его соль и сельскохозяйственный адъювант.

35 (23) Способ борьбы с нежелательными растениями или ингибирования их роста, который включает нанесение гербицидно-эффективного количества соединения пиразола по указанным выше (1)-(21) или его соли на нежелательные растения или на место их произрастания.

40 (24) Способ по указанному выше (23), где нежелательные растения уничтожают или их рост ингибируют на кукурузном поле.

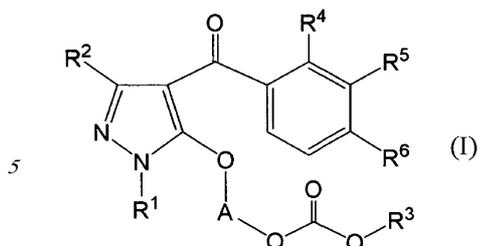
(25) Способ по указанному выше (24), где кукуруза является трансформированной кукурузой.

(26) Способ по указанному выше (23), где нежелательные растения уничтожают или их рост ингибируют на пшеничном, ячменном или ржаном поле.

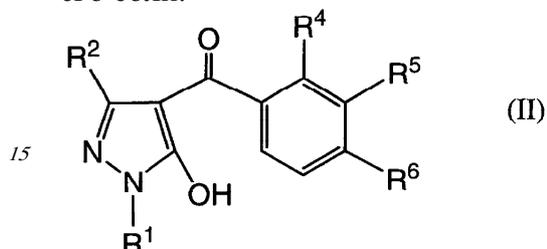
45 (27) Способ по указанному выше (23), где нежелательные растения уничтожают или их рост ингибируют на рисовом поле.

(28) Способ по указанному выше (23), где нежелательные растения уничтожают или их рост ингибируют на поле несельскохозяйственного назначения.

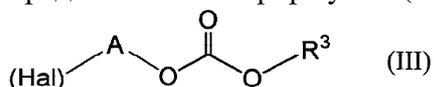
50 (29) Способ получения соединения пиразола, представленного формулой (I), или его соли:



10 где R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 и А являются такими, как определено выше, который включает взаимодействие соединения пиразола, представленного формулой (II), или его соли:



20 где R^1 , R^2 , R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше, с соединением, представленным формулой (III):

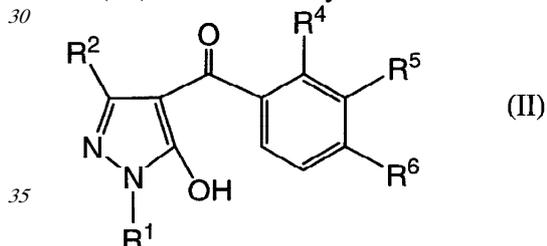


25 где R^3 , Hal и А являются такими, как определено выше.

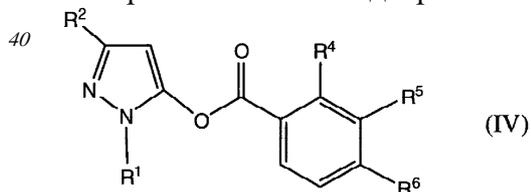
(30) Способ по указанному выше (29), который осуществляют в присутствии *n*-тетрабутиламмонийбромида и ароматического растворителя.

(31) Способ по указанному выше (30), где ароматический растворитель представляет собой толуол.

(32) Способ получения соединения пиразола, представленного формулой (II):



40 где R^1 , R^2 , R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше, или его соли, который включает подвергание соединения, представленного формулой (IV):



где R^1 , R^2 , R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше, реакции перегруппировки в присутствии карбоната щелочного металла и ароматического растворителя.

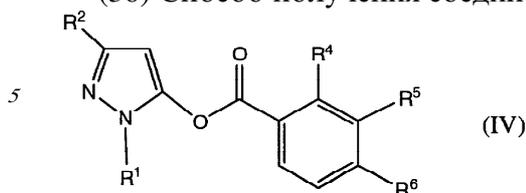
(33) Способ по указанному выше (32), где карбонат щелочного металла представляет собой карбонат калия.

(34) Способ по указанному выше (32), где ароматический растворитель представляет собой толуол.

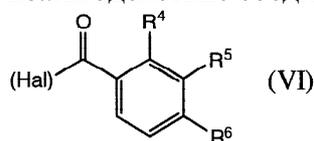
(35) Способ по указанному выше (32), где соль формулы (II) представляет собой

соль калия.

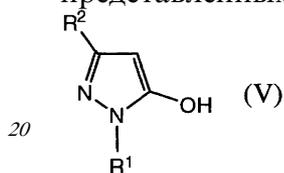
(36) Способ получения соединения, представленного формулой (IV):



10 где R^1 , R^2 , R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше, который включает взаимодействие соединения, представленного формулой (VI):



20 где R^4 , R^5 , R^6 и Hal являются такими, как определено выше, с соединением, представленным формулой (V):

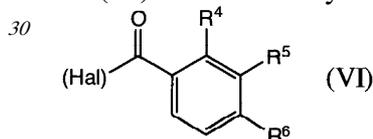


30 где R^1 и R^2 являются такими, как определено выше, или его солью, в присутствии основания и ароматического растворителя.

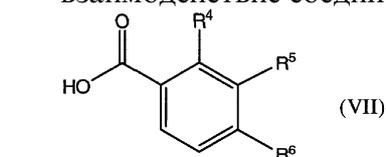
35 (37) Способ по указанному выше (36), где основание представляет собой триэтиламин.

(38) Способ по указанному выше (36), где ароматический растворитель представляет собой толуол.

(39) Способ получения соединения, представленного формулой (VI):



45 где R^4 , R^5 , R^6 и Hal являются такими, как определено выше, который включает взаимодействие соединения, представленного формулой (VII):

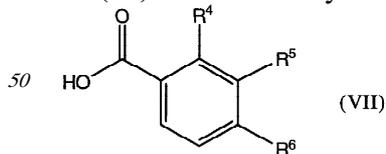


где R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше, с галогенирующим агентом в присутствии ароматического растворителя.

(40) Способ по указанному выше (39), где галогенирующий агент представляет собой тионилхлорид.

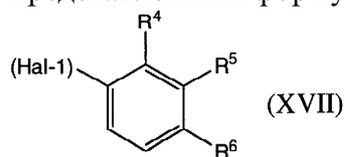
45 (41) Способ по указанному выше (39), где ароматический растворитель представляет собой толуол.

(42) Способ получения соединения, представленного формулой (VII):



где R^4 , R^5 и R^6 являются такими, как определено выше, с соединением,

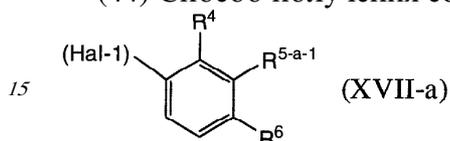
представленным формулой (XVII):



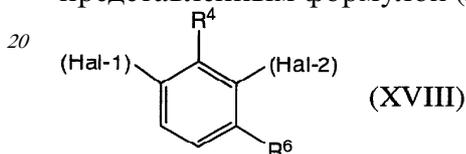
где R^4 , R^5 , R^6 и Hal-1 являются такими, как определено выше, с монооксидом углерода или его эквивалентом, и H_2O_2 , в присутствии катализатора и основания, с использованием C_4 спирта в качестве растворителя.

10 (43) Способ по указанному выше (42), где C_4 спирт представляет собой трет-бутиловый спирт.

(44) Способ получения соединения, представленного формулой (XVII-a):



где Hal-1, R^4 , R^6 и R^{5-a-1} являются такими, как определено выше, с соединением, представленным формулой (XVIII):

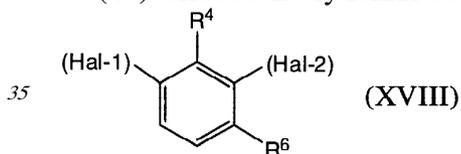


25 где R^4 , R^6 , Hal-1 и Hal-2 являются такими, как определено выше, с соединением, представленным формулой (XIX): $OH-R^\alpha$, где R^α является таким, как определено выше, в присутствии гидроксида щелочного металла и ароматического растворителя.

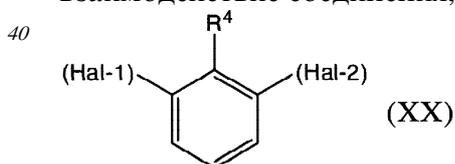
(45) Способ по указанному выше (44), где гидроксид щелочного металла представляет собой гидроксид натрия.

30 (46) Способ по указанному выше (44), где ароматический растворитель представляет собой толуол.

(47) Способ получения соединения, представленного формулой (XVIII):

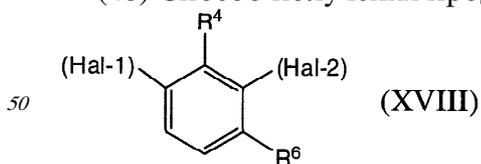


где Hal-1, Hal-2, R^4 и R^6 , являются такими, как определено выше, который включает взаимодействие соединения, представленного формулой (XX):



45 где R^4 , Hal-1 и Hal-2 являются такими, как определено выше, с $(R^6)(Hal-3)$, где R^6 и Hal-3 являются такими, как определено выше, в присутствии хлорида железа.

(48) Способ получения продукта соединения, представленного формулой (XVIII):



где R^4 , R^6 , Hal-1 и Hal-2 являются такими, как определено выше, и Hal-1 и Hal-2

могут быть одинаковыми или отличаются друг от друга, который включает добавление неорганической кислоты и спиртового растворителя одновременно или отдельно к смеси, содержащей соединение, представленное формулой (XVIII), и кислоту.

5 (49) Способ по указанному выше (48), где смесь в указанном выше (48) представляет собой смесь, полученную реакцией по (47).

(50) Способ по указанному выше (48), где неорганической кислотой является хлористоводородная кислота.

10 (51) Способ по указанному выше (50), где спиртовой растворитель представляет собой C₃ спирт.

Примеры

15 Теперь, настоящее изобретение будет описано со ссылкой на примеры. Однако следует понимать, что настоящее изобретение не ограничивается каким-либо образом такими конкретными примерами. Примеры получения соединений настоящего изобретения будут описаны ниже.

Пример получения 1

20 Получение 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1H-пиразол-5-илокси)этилметилкарбоната (следующее соединение №2-1)

5-гидрокси-1-этилпиразол-4-ил-3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенилкетон (300 мг) растворяли в 2-бутаноне (10 мл) и добавляли карбонат калия (130 мг) и тетрабутиламмонийбромид (15 мг). После перемешивания при комнатной температуре в течение 10 минут, 1-хлорэтилметилкарбонат (чистота: 25 85%, 270 мг) добавляли при комнатной температуре, с последующим нагреванием и кипячением с обратным холодильником в течение 3 часов. После завершения реакции, реакционную смесь охлаждали до комнатной температуры, выливали в воду и затем экстрагировали этилацетатом. Органический слой промывали 1n хлористоводородной 30 кислотой и насыщенным водным раствором хлорида натрия, с последующей сушкой над безводным сульфатом натрия. Растворитель отгоняли при пониженном давлении. Полученный остаток очищали колоночной хроматографией со смесью n-гексан: этилацетат=1:1, с получением целевого продукта (180 мг) в виде слегка желтого 35 твердого вещества.

Пример получения 2

40 Получение 1-(1,3-диметил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1H-пиразол-5-илокси)этилметилкарбоната (следующее соединение №1-6)

(1) 3-(2-Метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензойную кислоту (1 г) 40 растворяли в хлороформе (20 мл) и добавляли оксалилхлорид (500 мг). Добавляли каталитическое количество диметилформамида, с последующим перемешиванием при комнатной температуре в течение 3 часов. Затем растворитель отгоняли при 45 пониженном давлении. Полученный остаток растворяли в тетрагидрофуране (5 мл) и затем медленно добавляли раствор, содержащий 5-гидрокси-1,3-диметилпиразол (450 мг), растворенный в тетрагидрофуране (15 мл). Добавляли триэтиламин (0,65 мл), с последующим нагреванием и кипячением с обратным холодильником в течение 5 50 часов. После завершения реакции, реакционную смесь охлаждали до комнатной температуры и выливали в воду, затем подкисляли хлористоводородной кислотой и затем экстрагировали этилацетатом. Органический слой промывали насыщенным водным раствором хлорида натрия и затем сушили над сульфатом магния. Растворитель отгоняли при пониженном давлении.

Полученный остаток растворяли в ацетонитриле (20 мл) и при охлаждении на бане со льдом добавляли триэтиламин (0,65 мл) и ацетонциангидрин (100 мг), с последующим перемешиванием при комнатной температуре в течение 18 часов. Реакционный раствор выливали в воду и промывали небольшим количеством этилацетата. Затем водный слой подкисляли разбавленной хлористоводородной кислотой. Экстрагировали этилацетатом, затем органический слой промывали насыщенным водным раствором хлорида натрия и затем сушили над сульфатом магния. Растворитель отгоняли при пониженном давлении. Полученный остаток очищали колоночной хроматографией (проявляющий растворитель: этилацетат), с получением 5-гидрокси-1,3-диметилпиразол-4-ил 3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенилкетона (500 мг, (следующее соединение №5-2) в виде слегка желтого твердого вещества.

(2) 5-гидрокси-1,3-диметилпиразол-4-ил 3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенилкетон (300 мг) растворяли в 2-бутаноне (10 мл) и добавляли карбонат калия (130 мг) и тетрабутиламмонийбромид (15 мг). После перемешивания при комнатной температуре в течение 10 минут, 1-хлорэтилметилкарбонат (чистота: 85%, 270 мг) добавляли при комнатной температуре, с последующим нагреванием и кипячением с обратным холодильником в течение 3 часов. После завершения реакции, реакционный раствор охлаждали до комнатной температуры, выливали в воду и затем экстрагировали этилацетатом. Органический слой промывали 1н раствором хлористоводородной кислоты и насыщенным водным раствором хлорида натрия и затем сушили над безводным сульфатом натрия. Растворитель отгоняли при пониженном давлении. Полученный остаток очищали колоночной хроматографией (н-гексан:этилацетат=1:1), с получением целевого продукта (200 мг) в виде слегка желтого твердого вещества.

Пример получения 3

Получение 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбоната

(1) 2,6-дихлортолуол (100 г) и метансульфонилхлорид (85,3 г) смешивали и нагревали до 80°C. Затем добавляли хлорид железа(III) (101 г), смесь дополнительно нагревали до 120°C и перемешивали при нагревании в течение 6 часов. После завершения реакции, реакционную смесь охлаждали до 90°C, затем медленно добавляли 10% хлористоводородную кислоту (230 мл) таким образом, чтобы температура реакционной смеси быстро не снижалась, и она не отверждалась, и при 80°C дополнительно медленно добавляли изопропанол (230 мл). Смесь охлаждали до комнатной температуры, затем при энергичном перемешивании добавляли затравочные кристаллы 1,3-дихлор-2-метил-4-(метилсульфонил)бензола для осаждения твердого вещества. Осажденное твердое вещество отделяли фильтрованием и промывали растворителем (вода:изопропанол=1:1, 300 мл). Полученное твердое вещество растворяли в этилацетате (600 мл) при нагревании, с последующим фильтрованием для удаления нерастворимых веществ. Фильтрат концентрировали, с получением 1,3-дихлор-2-метил-4-(метилсульфонил)бензола (105 г) в виде слегка желтого твердого вещества.

¹H-ЯМР 400 МГц (CDCl₃ δ м.д.): 2,57 (3H, с), 3,28 (3H, с), 7,50 (1H, д, J=8,4 Гц), 7,97 (1H, д, J=8,4 Гц).

(2) 1,3-дихлор-2-метил-4-(метилсульфонил)бензол (13,1 г) и толуол (40 мл) смешивали и добавляли 2-метоксиэтанол (4,49 г) и гидроксид натрия (4,55 г), с последующим нагреванием и кипячением с обратным холодильником в течение 3

часов. После завершения реакции, смесь охлаждали до комнатной температуры, и растворитель отгоняли при пониженном давлении. К полученному остатку добавляли смешанный растворитель из метанола (12 мл) и воды (48 мл), с последующим перемешиванием. Затем образованное твердое вещество отделяли фильтрованием, дополнительно промывали водой и сушили, с получением 1-хлор-3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензола (12,4 г) в виде слегка желтого твердого вещества.

¹H-ЯМР 300 МГц (CDCl₃ δ м.д.): 2,41 (3H, c), 3,25 (3H, c), 3,48 (3H, c), 3,78-3,81 (2H, м), 4,20-4,22 (2H, м), 7,33 (1H, д, J=8,4 Гц), 7,76 (1H, д, J=8,7 Гц).

(3) 12,5 мл воды добавляли к 237,5 мл трет-бутанола, затем через него продували газообразный азот в течение 5 минут для удаления растворенного кислорода, с получением реакционного растворителя. В автоклав объемом 500 мл загружали 50,0 г 1-хлор-3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензола, 28,5 г карбоната натрия, 1,5 г 1,4-бис(дифенилфосфино)бутана, полученный выше реакционный растворитель и 1,5 г 5% Pd/C, и автоклав закрывали. При перемешивании дважды осуществляли продувку под давлением азотом (5,0 МПа), с последующей продувкой под давлением дважды монооксидом углерода (5,0 МПа). Окончательно, проводили заполнение монооксидом углерода (2,5 МПа). Посредством электропечи автоклав нагревали при 160°C, с последующим перемешиванием в течение 7 часов (300 об./с). После охлаждения до комнатной температуры, газообразный монооксид углерода, оставшийся в автоклаве, удаляли. Содержимое выливали в воду и этилацетат, и нерастворимые вещества отфильтровывали через целит. Затем фильтрат подвергали жидкостному разделению и водный слой промывали дважды этилацетатом. Водный слой подкисляли хлористоводородной кислотой (pH=1) и затем экстрагировали этилацетатом. Органический слой промывали насыщенным водным раствором хлорида натрия, сушили над сульфатом натрия и затем растворитель отгоняли при пониженном давлении, с получением 3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензойной кислоты (50,1 г). Дополнительно, полученное твердое вещество промывали 150 мл гексана, затем отделяли фильтрованием и сушили при пониженном давлении, с получением 3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензойной кислоты (48,1 г) в виде белого твердого вещества.

¹H-ЯМР 300 МГц (CDCl₃ δ м.д.): 2,63 (3H, c), 3,31 (3H, c), 3,50 (3H, c), 3,82-3,85 (2H, м), 4,22-4,25 (2H, м), 7,92 (2H, c).

(4) 3-(2-Метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензойную кислоту (100 г) и толуол (300 мл) смешивали и добавляли тионилхлорид (47,5 г) и ДМФА (2,5 г), с последующим нагреванием и перемешиванием при 100°C в течение 2 часов. После завершения реакции, 180 мл толуола отгоняли при пониженном давлении, с получением раствора 3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоилхлорида.

(5) К 1-этил-5-гидроксипиразолу (42,8 г) добавляли толуол (150 мл) и триэтиламин (38,6 г), с получением однородного раствора, и при поддержании раствора при температуре, равной по большей мере 30°C, по каплям добавляли раствор хлорангидрида кислоты, полученного выше (4). Внутреннюю часть контейнера дополнительно промывали толуолом (20 мл) и оставшийся раствор хлорангидрида кислоты добавляли по каплям к реакционному раствору. После перемешивания при комнатной температуре в течение 1 часа, перемешивание дополнительно проводили при 80°C в течение 0,5 часа. Реакционный раствор охлаждали до комнатной температуры и затем выливали в воду (150 мл) для жидкостного разделения. Водный слой после жидкостного разделения экстрагировали однократно толуолом (200 мл) и промывали небольшим количеством насыщенного

водного раствора хлорида натрия. Затем органические слои объединяли вместе и сушили над сульфатом магния. Сульфат магния отфильтровывали, с последующей промывкой толуолом (50 мл), с получением толуольного раствора 1-этил-1Н-пиразол-5-ил-3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоата.

Из толуольного раствора отбирали очень малое количество в качестве образца, толуол отгоняли из раствора, и получали ¹Н-ЯМР спектр для подтверждения образования данного соединения.

¹Н-ЯМР 400 МГц (CDCl₃ δ м.д.): 1,46 (3Н, т, J=7,6 Гц), 2,64 (3Н, с), 3,31 (3Н, с), 3,48 (3Н, с), 3,81 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,16 (2Н, кв, J=7,6 Гц), 4,24 (2Н, т, J=4,4 Гц), 6,30 (1Н, д, J=2,0 Гц), 7,53 (1Н, д, J=2,0 Гц), 7,95 (1Н, д, J=8,4 Гц), 7,97 (1Н, д, J=8,4 Гц).

(6) Толуольный раствор, полученный в (5), переносили в контейнер, оборудованный устройством для азеотропной дегидратации, и часть толуола (приблизительно 100 мл) отгоняли вместе с включенной водой. Раствор охлаждали до 80°C и затем добавляли ДМФА (40 мл) и порошкообразный карбонат калия (33,6 г). При энергичном перемешивании осуществляли нагревание и кипячение с обратным холодильником и толуол (приблизительно 100 мл) отгоняли путем азеотропной дегидратации. Азеотропную дегидратацию осуществляли в течение 3 часов, и затем часть растворителя отгоняли при пониженном давлении, с получением толуольного раствора, содержащего калиевую соль (5-гидрокси-1-этилпиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона.

(7) 1-хлорэтиловый эфир хлормуравьиной кислоты (250 г) растворяли в диэтиловом эфире (1 л) и при охлаждении последовательно по каплям добавляли метанол (59 г) и триэтиламин (195 г). После завершения добавления по каплям, перемешивание проводили при комнатной температуре в течение 1 часа. В систему добавляли воду (250 мл) для жидкостного разделения и органический слой промывали разбавленной хлористоводородной кислотой. Остаток, полученный отгонкой растворителя, подвергали перегонке при пониженном давлении, с получением 1-хлорэтилметилкарбоната (217,6 г, т.кип. 85-90°C/0,085-0,093 МПа).

¹Н-ЯМР 400 МГц (CDCl₃ δ м.д.): 1,79 (3Н, д, J=4,4 Гц), 3,82 (3Н, с), 6,39 (1Н, кв, J=6,0 Гц).

(8) Толуольный раствор, полученный в (6), охлаждали до 90°C, к нему добавляли тетра-н-бутиламмонийбромид (5,6 г) и медленно по каплям добавляли 1-хлорэтилметилкарбонат (62,5 г). После завершения добавления по каплям, реакционный раствор перемешивали при 100°C в течение 3 часов и затем охлаждали до 50°C. К нему добавляли гексан (150 мл), с последующим перемешиванием в течение 30 минут. Затем последовательно добавляли воду (100 мл) и 3н хлористоводородную кислоту (100 мл), с последующим перемешиванием при комнатной температуре в течение 30 минут. Осажденные кристаллы отделяли фильтрованием, промывали водой и дополнительно промывали смешанным растворителем (300 мл) гексан:толуол=1:2, с получением высушенного целевого продукта (120,9 г) в виде слегка коричневого твердого вещества.

Пример получения 4

Получение 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбоната

(1) В метаноле (20 мл) смешивали 5-гидрокси-1-этилпиразол-4-ил-3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)фенилкетон (1 г) и гидроксид калия (180 мг), с последующим нагреванием и кипячением с обратным холодильником в течение 1 часа. Полученный раствор охлаждали до комнатной температуры, затем

растворитель отгоняли при пониженном давлении, с получением калиевой соли (1-этил-5-гидроксипиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтокси-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона (1 г) в виде слегка коричневого масла.

¹H-ЯМР 400 МГц (CD₃OD δ м.д.) δ 1,21 (3H, т, J=7,2 Гц), 2,27 (3H, с), 3,27 (3H, с), 3,42 (3H, с), 3,76 (4H, м), 4,19 (2H, м), 7,15 (1H, д, J=7,6 Гц), 7,75 (1H, д, J=7,6 Гц).

(2) Калиевую соль (5-гидрокси-1-этилпиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтокси-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона (1 г), полученную в (1), растворяли в 2-бутаноне (10 мл) и добавляли тетрабутиламмонийбромид (15 мг). Затем реакцию осуществляли аналогично методике примера получения 1, с получением целевого продукта.

Пример получения 5

Получение 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1H-пиразол-5-илокси)этилметилкарбоната

(1) Натриевую соль (1-этил-5-гидроксипиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтокси-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона (1 г) получали, осуществляя реакцию по методике, аналогично примеру получения 4, за исключением того, что гидроксид калия в указанном выше примере получения 4 заменяли гидроксидом натрия.

¹H-ЯМР 400 МГц (CD₃OD δ м.д.) δ 1,20 (3H, т, J=7,2 Гц), 2,27 (3H, с), 3,26 (3H, с), 3,42 (3H, с), 3,74 (2H, кв, J=7,2 Гц), 3,77 (2H, м), 4,18 (2H, м), 7,16 (1H, д, J=8,4 Гц), 7,74 (1H, д, J=8,4 Гц).

(2) Взаимодействие натриевой соли (300 мг) (1-этил-5-гидроксипиразол-4-ил)(3-(2-метоксиэтокси-2-метил-4-(метилсульфонил)фенил)кетона (1 г), полученной в (1), осуществляли по методике, аналогично указанному выше примеру получения 4(2), с получением целевого продукта.

Пример получения 6

Получение 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1H-пиразол-5-илокси)этилметилкарбоната

(1) 3-(2-Метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензойную кислоту (500 мг) растворяли в хлороформе (20 мл) и добавляли оксалилхлорид (500 мг) и каталитическое количество ДМФА, с последующим перемешиванием при комнатной температуре в течение 3 часов. При пониженном давлении растворитель и избыточный реагент отгоняли, с получением 3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоилхлорида (520 мг) в виде маслянистого продукта.

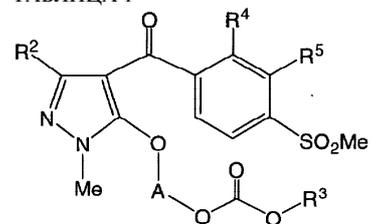
¹H-ЯМР 400 МГц (CDCl₃ δ м.д.): 2,50 (3H, с), 3,26 (3H, с), 3,44 (3H, с), 3,77 (2H, м), 4,18 (2H, м), 7,92 (1H, д, J=8,8 Гц), 7,96 (1H, д, J=8,8 Гц).

(2) Готовили толуольный раствор 3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоилхлорида, полученного в приведенном выше (1), и взаимодействие осуществляли по методике, аналогично приведенному выше примеру получения 3(5) и т.д., с получением целевого продукта.

Теперь, конкретные примеры соединений настоящего изобретения показаны в таблицах 1-8, и их спектральные данные ¹H-ЯМР показаны в таблице 9. Данные соединения могут быть получены в соответствии с приведенными выше примерами получения или приведенными выше различными способами. В данном описании в таблицах 1-9 № представляет номер соединения. Далее в таблицах, Me означает метильную группу, Et означает этильную группу, n-Pr означает n-пропильную группу, и i-Pr означает изопропильную группу. Дополнительно, левая сторона -А- связана со стороной пиразола, и правая сторона -А- связана со стороной карбоната.

5

ТАБЛИЦА 1



(R¹=Me, R⁶=SO₂Me)

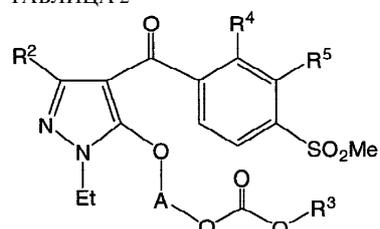
10

| № | R ² | R ³ | R ⁴ | R ⁵ | -A- |
|-----|----------------|----------------|----------------|---|----------|
| 1-1 | H | Me | Me | CH ₂ OEt | -CH(Me)- |
| 1-2 | H | Me | Me | C(O)OMe | -CH(Me)- |
| 1-3 | H | Me | Me | CH ₂ OMe | -CH(Me)- |
| 1-4 | H | Et | Me | CH ₂ OEt | -CH(Me)- |
| 1-5 | H | Et | Me | OCH ₂ CH ₂ OCH(Me) ₂ | -CH(Me)- |
| 1-6 | Me | Me | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe | -CH(Me)- |

15

20

ТАБЛИЦА 2



(R¹=Et, R⁶=SO₂Me)

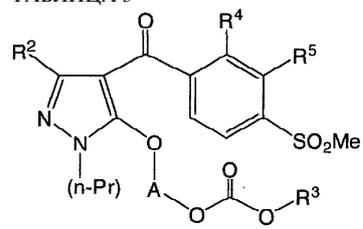
25

| № | R ² | R ³ | R ⁴ | R ⁵ | -A- |
|-----|----------------|----------------|----------------|--------------------------------------|----------|
| 2-1 | H | Me | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe | -CH(Me)- |
| 2-2 | H | Et | Me | C(O)OMe | -CH(Me)- |
| 2-3 | Me | Et | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe | -CH(Me)- |

30

35

ТАБЛИЦА 3



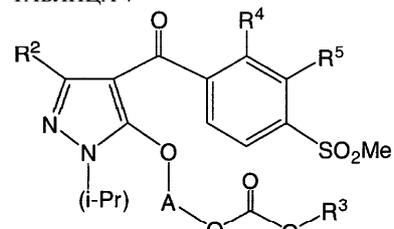
(R¹=n-Pr, R⁶=SO₂Me)

40

| № | R ² | R ³ | R ⁴ | R ⁵ | -A- |
|-----|----------------|----------------|----------------|--------------------------------------|----------|
| 3-1 | H | Et | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe | -CH(Me)- |

45

ТАБЛИЦА 4



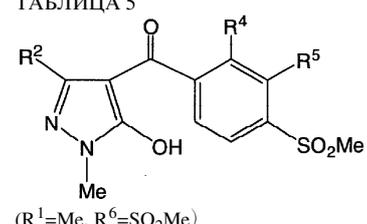
(R¹=i-Pr, R⁶=SO₂Me)

50

| № | R ² | R ³ | R ⁴ | R ⁵ | -A- |
|-----|----------------|----------------|----------------|--------------------------------------|----------|
| 4-1 | H | Me | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe | -CH(Me)- |

5

ТАБЛИЦА 5



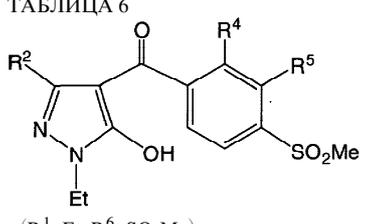
(R¹=Me, R⁶=SO₂Me)

| № | R ² | R ⁴ | R ⁵ |
|-----|----------------|----------------|---|
| 5-1 | H | Me | OCH ₂ CH ₂ OCH(Me) ₂ |
| 5-2 | Me | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe |
| 5-3 | Et | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe |

10

15

ТАБЛИЦА 6



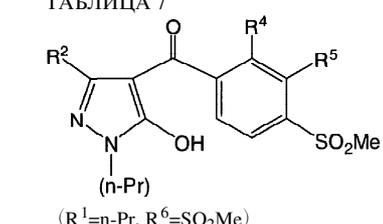
(R¹=Et, R⁶=SO₂Me)

| № | R ² | R ⁴ | R ⁵ |
|-----|----------------|----------------|--------------------------------------|
| 6-1 | Me | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe |

20

25

ТАБЛИЦА 7



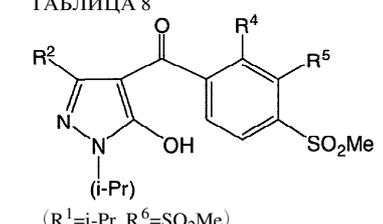
(R¹=n-Pr, R⁶=SO₂Me)

| № | R ² | R ⁴ | R ⁵ |
|-----|----------------|----------------|--------------------------------------|
| 7-1 | H | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe |

30

35

ТАБЛИЦА 8



(R¹=i-Pr, R⁶=SO₂Me)

| № | R ² | R ⁴ | R ⁵ |
|-----|----------------|----------------|--------------------------------------|
| 8-1 | H | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe |
| 8-2 | Me | Me | OCH ₂ CH ₂ OMe |

40

45

50

ТАБЛИЦА 9

| № | ¹ H-ЯМР δ м.д. (Средство измерения: JEOL-GSX (400 МГц)(Растворитель: CDCl ₃ , если не указано иное, и при использовании дейтерированного ацетона обозначают как "в ацетоне-d ₆ ") |
|-----|--|
| 1-1 | 1,25 (3H, т, J=7,0 Гц), 1,76 (3H, д, J=5,2 Гц), 2,42 (3H, с), 3,24 (3H, с), 3,68 (1H, кв, J=7,0 Гц), 3,69 (3H, с), 3,72 (3H, с), 4,99 (2H, ушир.с), 6,74 (1H, кв, J=5,2 Гц), 7,26 (1H, с), 7,42 (1H, д, J=8,0 Гц), 8,04 (1H, д, J=8,0 Гц). |

| | | |
|----|-----|---|
| 5 | 1-2 | 1,77 (3Н, д, J=5,2 Гц), 2,32 (3Н, с), 3,18 (3Н, с), 3,69 (3Н, с), 3,71 (3Н, с), 3,98 (3Н, с), 6,73 (1Н, кв, J=5,2 Гц), 7,27 (1Н, с), 7,52 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,94 (1Н, д, J=8,0 Гц). |
| | 1-3 | 1,77 (3Н, д, J=5,2 Гц), 2,41 (3Н, с), 3,21 (3Н, с), 3,49 (3Н, с), 3,69 (3Н, с), 3,71 (3Н, с), 4,95 (2Н, ушир.с), 6,74 (1Н, кв, J=5,2 Гц), 7,25 (1Н, с), 7,42 (1Н, д, J=8,4 Гц), 8,04 (1Н, д, J=8,4 Гц). |
| | 1-4 | 1,24 (6Н, м), 1,76 (3Н, д, J=5,6 Гц), 2,42 (3Н, с), 2,23 (3Н, с), 3,68 (2Н, кв, J=6,8 Гц), 3,69 (3Н, с), 4,11 (2Н, кв, J=7,2 Гц), 4,99 (2Н, ушир.с), 6,73 (1Н, кв, J=5,6 Гц), 7,26 (1Н, с), 7,42 (1Н, д, J=8,0 Гц), 8,04 (1Н, д, J=8,0 Гц). |
| | 1-5 | 1,19 (6Н, д, J=6,0 Гц), 1,24 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,76 (3Н, д, J=5,2 Гц), 2,35 (3Н, с), 3,29 (3Н, с), 3,68 (1Н, м), 3,69 (3Н, с), 3,81 (2Н, м), 4,11 (2Н, кв, J=7,2 Гц), 4,21 (2Н, м), 6,70 (1Н, кв, J=5,2 Гц), 7,23 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,28 (1Н, с), 7,87 (1Н, д, J=8,0 Гц). |
| 10 | 1-6 | 1,44 (3Н, д, J=6,4 Гц), 1,93 (3Н, с), 2,32 (3Н, с), 3,27 (3Н, с), 3,45 (3Н, с), 3,62 (3Н, с), 3,71 (3Н, с), 3,79 (2Н, т, J=4,8 Гц), 4,22 (2Н, т, J=4,8 Гц), 6,21 (1Н, кв, J=6,4 Гц), 7,20 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,88 (1Н, д, J=8,0 Гц). |
| | 2-1 | 1,40 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,77 (3Н, д, J=5,2 Гц), 2,35 (3Н, с), 2,94 (3Н, с), 3,46 (3Н, с), 3,71 (3Н, с), 3,80 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,05 (2Н, м), 4,24 (2Н, т, J=4,4 Гц), 6,78 (1Н, кв, J=5,2 Гц), 7,26 (1Н, д, J=7,6 Гц), 7,28 (1Н, с), 7,88 (1Н, д, J=7,6 Гц). |
| | 2-2 | 1,23 (3Н, т, J=7,0 Гц), 1,40 (3Н, т, J=7,4 Гц), 1,76 (3Н, д, J=5,6 Гц), 2,33 (3Н, с), 3,18 (3Н, с), 3,97 (3Н, с), 4,0-4,1 (4Н, м), 6,79 (1Н, кв, J=5,6 Гц), 7,27 (1Н, с), 7,52 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,94 (1Н, д, J=8,0 Гц). |
| 15 | 2-3 | 1,18 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,35 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,96 (3Н, д, J=5,2 Гц), 2,33 (3Н, с), 2,79 (3Н, с), 3,35 (3Н, с), 3,42 (3Н, с), 3,80 (2Н, т, J=4,4 Гц), 3,96 (2Н, кв, J=7,2 Гц), 4,10 (2Н, м), 4,25 (2Н, т, J=4,4 Гц), 6,20 (1Н, кв, J=5,2 Гц), 7,30 (1Н, д, J=7,6 Гц), 7,85 (1Н, д, J=7,6 Гц). |

| ТАБЛИЦА 9 (продолжение) | | |
|-------------------------|--|--|
| № | ¹ H-ЯМР δ м.д. (Средство измерения: JEOL-GSX (400 МГц) (Растворитель: CDCl ₃ , если не указано иное) | |
| 20 | 3-1 | 0,87 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,19 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,27 (2Н, м), 1,70 (3Н, д, J=5,2 Гц), 2,33 (3Н, с), 3,32 (3Н, с), 3,41 (3Н, с), 3,80 (2Н, т, J=7,2 Гц), 4,04 (2Н, кв), 4,27 (2Н, кв, J=7,2 Гц), 6,77 (1Н, кв, J=5,2 Гц), 7,32 (1Н, д, J=8 Гц), 7,38 (1Н, с), 7,83 (1Н, д, J=8 Гц). |
| | 4-1 | 1,40 (3Н, д, J=6,4 Гц), 1,42 (3Н, д, J=6,4 Гц), 1,77 (3Н, д, J=5,2 Гц), 2,35 (3Н, с), 3,29 (3Н, с), 3,46 (3Н, с), 3,70 (3Н, с), 3,80 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,24 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,65 (1Н, м), 6,76 (1Н, кв, J=5,2 Гц), 7,26 (1Н, д, J=8,4 Гц), 7,28 (1Н, с), 7,88 (1Н, д, J=8,4 Гц). |
| 25 | 5-1 | 1,17 (6Н, д, J=6,0 Гц), 2,38 (3Н, с), 3,33 (3Н, с), 3,67 (3Н, с), 3,69 (1Н, м), 3,84 (2Н, м), 3,23 (2Н, м), 7,44 (1Н, д, J=8,4 Гц), 7,81 (1Н, с), 7,85 (1Н, д, J=8,4 Гц), в ацетоне-d ₆ . |
| | 5-2 | 1,61 (3Н, с), 2,26 (3Н, с), 3,25 (3Н, с), 3,42 (3Н, с), 3,58 (3Н, с), 3,78 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,19 (2Н, т, J=4,4 Гц), 7,11 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,87 (1Н, д, J=8,0 Гц), 10,01 (1Н, ушир.с). |
| | 5-3 | 0,85 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,99 (2Н, кв, J=7,2 Гц), 2,30 (3Н, с), 3,28 (3Н, с), 3,45 (3Н, с), 3,63 (3Н, с), 3,79 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,22 (2Н, т, J=4,4 Гц), 7,16 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,90 (1Н, д, J=8,0 Гц). |
| 30 | 6-1 | 1,35 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,66 (3Н, с), 2,30 (3Н, с), 3,20 (3Н, с), 3,41 (3Н, с), 3,79 (2Н, т, J=4,4 Гц), 3,97 (2Н, кв, J=7,2 Гц), 4,26 (2Н, т, J=4,4 Гц), 7,30 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,86 (1Н, д, J=8,0), в ацетоне-d ₆ . |
| | 7-1 | 0,92 (3Н, т, J=7,2 Гц), 1,56 (3Н, с), 1,84 (2Н, кв, J=7,2 Гц), 2,38 (3Н, с), 3,30 (3Н, с), 3,41 (3Н, с), 3,80 (2Н, т, J=4,4 Гц), 3,97 (2Н, т, J=7,2 Гц), 4,19 (2Н, т, J=4,4 Гц), 7,40 (1Н, с), 7,46 (1Н, д, J=7,2 Гц), 7,86 (1Н, д, J=7,2 Гц), в ацетоне-d ₆ . |
| 35 | 8-1 | 1,48 (6Н, д, J=7,2 Гц), 2,40 (3Н, с), 3,30 (3Н, с), 3,46 (3Н, с), 3,80 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,24 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,57 (1Н, м), 7,34 (1Н, с), 7,36 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,91 (1Н, д, J=8,0 Гц). |
| | 8-2 | 1,46 (6Н, д, J=7,2 Гц), 1,67 (3Н, с), 2,32 (3Н, с), 3,29 (3Н, с), 3,46 (3Н, с), 3,79 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,23 (2Н, т, J=4,4 Гц), 4,54 (1Н, м), 7,16 (1Н, д, J=8,0 Гц), 7,91 (1Н, д, J=8,0 Гц). |

Теперь будут описаны примеры тестирования.

40 Пример тестирования 1

Почву с полей гористой местности помещали в горшок, соответствующий 1/170000 гектара, и засевали семенами различных растений. Когда соответствующие растения достигали предварительно определенной листовой стадии ((1) ежовник обыкновенный (*Echinochloa crus-galli* L.): 1,2 до 3,0 листовая стадия, (2) 45 росичка (*Digitaria sanguinalis* L.): 1,0 до 3,0 листовая стадия, (3) щетинник зеленый (*Setaria viridis* L.): 1,5 до 3,0 листовая стадия, (4) амарант (*Amaranthus retroflexus* L.): стадия семядолей до 1,5 листовая стадия, (5) сида колючая (*Sida spinosa* L.): стадия семядолей до 2,0 листовая стадия, (6) канатник Теофраста (*Abutilon theophrasti* MEDIC.): 50 стадия семядолей до 1,3 листовая стадия, (7) рис (*Oryza sativa* L.): 1,2 до 2,5 листовая стадия, (8) кукуруза (*Zea mays* L.): 2,0 до 3,3 листовая стадия, (9) соя (*Glycine max* Merr.): первичная листовая стадия до 0,3 листовая стадия) и пшеница (*Triticum* spp.): 2,0 до 3,0 листовая стадия, смачиваемые порошки или эмульгируемые концентраты соединений

настоящего изобретения, полученные в соответствии с общепринятыми способами получения, взвешивали таким образом, чтобы активные ингредиенты имели предписанные количества, и разводили водой в количестве, соответствующем 500 литров на 1 гектар (содержащем 0,1% об. сельскохозяйственного распределителя ("KUSARINON", производство NIHON NOHYAKU CO., LTD.)). Растворы для опрыскивания, полученные таким образом, наносили для обработки листы с помощью небольшого опрыскивателя.

На 20-22-ой день после нанесения, состояние роста соответствующих растений наблюдали визуально, и гербицидный эффект оценивали по степени ингибирования роста (%) от 0 (эквивалент необработанной области) до 100% (полное уничтожение). Результаты показаны в таблице 10.

ТАБЛИЦА 10

| Соединение № | Количество активного ингредиента (г/га) | Степень ингибирования роста (%) | | | | | | | | | | Дата наблюдения |
|--------------|---|---------------------------------|---------|------------------|---------|--------------|--------------------|-----|----------|-----|---------|-----------------|
| | | Ежовник обыкновенный | Росичка | Щетинник зеленый | Амарант | Сидя колючая | Канатник Теофраста | Рис | Кукуруза | Соя | Пшеница | |
| 1-1 | 7 | 95 | 90 | 60 | 60 | - | 50 | 20 | - | 70 | 0 | 21 |
| 1-2 | 7 | 100 | 90 | 100 | 95 | - | 80 | 70 | 0 | 95 | 0 | 21 |
| 1-3 | 7 | 90 | 95 | 80 | 80 | - | 75 | 60 | - | 70 | 0 | 21 |
| 1-4 | 7 | 95 | 95 | 75 | 80 | - | 80 | - | 0 | 80 | 0 | 21 |
| 1-5 | 7 | 95 | 90 | 80 | 80 | 0 | 80 | 20 | 10 | - | 0 | 21 |
| 1-6 | 7 | 90 | 90 | 95 | 90 | 70 | 98 | 70 | 0 | 80 | 0 | 20 |
| 2-1 | 7 | 95 | 100 | 100 | 90 | 60 | 100 | 70 | 0 | 95 | 0 | 20 |
| 2-2 | 7 | 98 | 80 | 80 | 98 | 70 | 95 | 50 | 0 | - | 0 | 22 |
| 3-1 | 7 | 70 | 70 | 30 | 80 | 0 | 60 | 0 | 0 | - | 0 | 22 |
| 4-1 | 7 | 90 | 90 | 95 | 85 | 60 | 100 | 80 | 0 | 95 | 0 | 20 |
| 5-1 | 7 | 30 | 50 | 50 | 60 | 40 | 10 | 0 | 0 | - | 0 | 22 |
| 5-2 | 7 | 90 | 90 | 100 | 90 | 40 | 70 | 50 | 0 | 70 | - | 21 |
| 5-3 | 7 | 90 | 90 | 90 | 95 | 30 | 80 | 50 | 0 | 0 | - | 21 |
| 6-1 | 7 | 10 | 50 | 60 | 60 | 0 | 50 | 20 | 0 | - | 0 | 22 |
| 7-1 | 7 | 60 | 70 | 70 | 70 | 20 | 75 | 10 | 0 | 60 | 0 | 22 |
| 8-1 | 7 | 60 | 95 | 90 | 90 | 30 | 80 | 10 | 0 | 40 | 0 | 21 |
| 8-2 | 7 | 20 | 40 | 50 | 60 | 20 | 60 | 0 | 0 | 10 | 0 | 21 |

Пример тестирования 2

Почву с полей гористой местности помещали в горшок, соответствующий 1/170000 гектара, и засевали семенами различных растений (ежовник обыкновенный (*Echinochloa crus-galli* L.), Росичка (*Digitaria sanguinalis* L.), щетинник зеленый (*Setaria viridis* L.), Амарант (*Amaranthus retroflexus* L.), сидя колючая (*Sida spinosa* L.), канатник Теофраста (*Abutilon theophrasti* MEDIC.), рис (*Oryza sativa* L.), кукуруза (*Zea mays* L.), соя (*Glycine max* Merr.) и пшеница (*Triticum* spp.). Через день после посева, смачиваемые порошки или эмульгируемые концентраты соединений настоящего изобретения, полученные в соответствии с общепринятым способом получения, взвешивали таким образом, чтобы активные ингредиенты имели предписанные количества, и разводили водой в количестве, соответствующем 500 литрам на 1 гектар, с последующим внесением в почву с помощью небольшого опрыскивателя.

На 21-22-й день после внесения состояние роста соответствующих растений наблюдали визуально, и гербицидный эффект оценивали по степени ингибирования роста (%) от 0 (эквивалент необработанной области) до 100% (полное уничтожение). Результаты показаны в таблице 11.

ТАБЛИЦА 11

| Соединение № | Количество активного ингредиента (г/га) | Степень ингибирования роста (%) | | | | | | | | | | Дата наблюдения |
|--------------|---|---------------------------------|---------|------------------|---------|--------------|--------------------|-----|----------|-----|---------|-----------------|
| | | Ежовник обыкновенный | Росичка | Щетинник зеленый | Амарант | Сидя колочая | Канатник Теофраста | Рис | Кукуруза | Соя | Пшеница | |
| 1-1 | 250 | 100 | 100 | 98 | 90 | 90 | 98 | 95 | 10 | 20 | 20 | 21 |
| 1-2 | 250 | 100 | 100 | 100 | 100 | 98 | 100 | 100 | 0 | 70 | 20 | 21 |
| 1-3 | 250 | 98 | 98 | 98 | 98 | 95 | 100 | 98 | 20 | 60 | 10 | 21 |
| 1-4 | 250 | 98 | 80 | 80 | 98 | 90 | 100 | 60 | 0 | 40 | 0 | 21 |
| 1-5 | 250 | 100 | 95 | 100 | 100 | 90 | 100 | 80 | 10 | 10 | 0 | 21 |
| 1-6 | 250 | 100 | 100 | 70 | 100 | 99 | 100 | 98 | 0 | 0 | 5 | 21 |
| 2-1 | 250 | 95 | 100 | 100 | 100 | 90 | 100 | 98 | 0 | 0 | 0 | 21 |
| 3-1 | 250 | 60 | 80 | 60 | 40 | 80 | 80 | 20 | 0 | 0 | 10 | 21 |
| 4-1 | 250 | 100 | 100 | 100 | 100 | 95 | 100 | 98 | 0 | 0 | 10 | 21 |
| 5-1 | 250 | 98 | 98 | 95 | 100 | 98 | 100 | 98 | 10 | 0 | 20 | 21 |
| 5-2 | 250 | 10 | 100 | 60 | 90 | 0 | 70 | 10 | 0 | 20 | 0 | 21 |
| 5-3 | 250 | 50 | 95 | 60 | 100 | 20 | 30 | 20 | 20 | 0 | 0 | 21 |
| 6-1 | 250 | 100 | 100 | 98 | 100 | 80 | 80 | 100 | 0 | 60 | 20 | 21 |
| 7-1 | 250 | 98 | 100 | 90 | 100 | 80 | 95 | 98 | 0 | 20 | 40 | 21 |
| 8-1 | 250 | 100 | 100 | 100 | 100 | 40 | 100 | 80 | 0 | 0 | 0 | 21 |
| 8-2 | 250 | 100 | 100 | 100 | 100 | 60 | 70 | 100 | 60 | - | 20 | 22 |

Пример тестирования 3

Почву с рисового поля помещали в горшок, соответствующий 1/1000000 гектара, и засекали семенами культур ежовник обыкновенный (*Echinochloa oryzicola* vasing.) и Japanese bulrush (*Scirpus juncoides*) и слегка покрывали почвой. Затем горшок оставляли выстаиваться в теплице в состоянии ирригации до глубины воды от 0,5 до 1 см, и на следующий день или через два дня высаживали ростки Японского ленточного вапаро (*Sagittaria rugosa*). Затем глубину орошаемой воды поддерживали от 3 до 4 см, и когда ежовник обыкновенный и Japanese bulrush достигали 0,5 листовой стадии, и Японский ленточный вапаро достигали первичной листовой стадии, разбавленный водой раствор смачиваемого порошка или эмульгируемый концентрат соединения настоящего изобретения, полученные в соответствии с общепринятым способом получения, однородно по каплям наносили пипеткой таким образом, чтобы количество активного ингредиента находилось в предписанном количестве. Затем почву с рисового поля помещали в горшок, соответствующий 1/1000000 гектаров, с последующим прикапыванием почвы до орошаемой глубины от 3 до 4 см. На следующий день рис (*Oryza sativa* L.) (var.: Nihonbare) от двух листовых стадий пересаживали на глубину пересадки 3 см. На 4-й день после пересадки, соединение настоящего изобретения вносили таким же образом, как описано выше.

На 13-17-й день после нанесения, состояние роста ежовника обыкновенного, Japanese bulrush и Японского ленточного вапаро наблюдали визуально, и на 20-23-й день после внесения, состояние роста риса наблюдали визуально, и гербицидный

эффект оценивали по степени ингибирования роста (%) от 0 (эквивалент необработанной области) до 100% (полное уничтожение). Результаты показаны в таблице 12.

5

| ТАБЛИЦА 12 | | | | | |
|--------------|---|---------------------------------|------------------|---------------------------|-----|
| Соединение № | Количество активного ингредиента (г/га) | Степень ингибирования роста (%) | | | |
| | | Ежовник обыкновенный | Japanese bulrush | Японский ленточный вапаро | Рис |
| 1-1 | 63 | 100 | 70 | 90 | 10 |
| 1-2 | 63 | 100 | 70 | 95 | 40 |
| 1-3 | 63 | 100 | 70 | 70 | 40 |
| 1-4 | 63 | 100 | 60 | 70 | 20 |
| 1-5 | 63 | 100 | 20 | 90 | 30 |
| 1-6 | 63 | 100 | 70 | 60 | 30 |
| 2-1 | 63 | 100 | 80 | 80 | 20 |
| 2-2 | 63 | 100 | 80 | 90 | 80 |
| 3-1 | 63 | 100 | 90 | 95 | 30 |
| 4-1 | 63 | 100 | 98 | 70 | 40 |
| 5-1 | 63 | 60 | 20 | 95 | 30 |
| 5-2 | 63 | 80 | 70 | 80 | 20 |
| 5-3 | 63 | 60 | 50 | 50 | 20 |
| 6-1 | 63 | 60 | 80 | 60 | 40 |
| 7-1 | 63 | 30 | 70 | 90 | 20 |
| 8-1 | 63 | 95 | 95 | 95 | 60 |
| 8-2 | 63 | 40 | 70 | - | 10 |

10

15

20

25

Пример тестирования 4

Почву с полей гористой местности помещали в горшок, соответствующий 1/1000000 гектара, и засевали семенами различных растений. Когда соответствующие растения достигали предварительно определенной листовой стадии ((1) канатник Теофраста (*Abutilon theophrasti* MEDIC.), (2) просо крупное (*Panicum maximum* Jacq.), (3) щетинник зеленый (*Setaria viridis* L.) и (4) кукуруза (*Zea mays* L.), смачиваемый порошок соединения №2-1 настоящего изобретения, эмульгируемый концентрат следующего сылочного соединения 1 и смачиваемый порошок следующего сылочного соединения 2, полученные в соответствии с общепринятым способом получения, взвешивали таким образом, чтобы активные ингредиенты имели предписанные количества от 3,5 до 15 г/га, и разводили водой в количестве, соответствующем 300 литров на 1 гектар (содержащий 0,5% об. сельскохозяйственного распределителя (MSO concentrate, производство Cognis Corporation). Растворы для опрыскивания, полученные таким образом, наносили для обработки листы с помощью небольшого опрыскивателя.

30

35

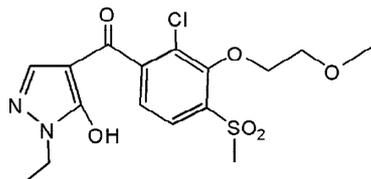
40

На 14-28-й день после нанесения, состояние роста соответствующих растений наблюдали визуально, и гербицидный эффект оценивали по степени ингибирования роста (%) от 0 (эквивалент необработанной области) до 100% (полное уничтожение). Соединение №2-1 настоящего изобретения показывает более высокие гербицидное действие и превосходную безопасность по отношению к хлебным злакам по сравнению со следующими сылочными соединениями.

45

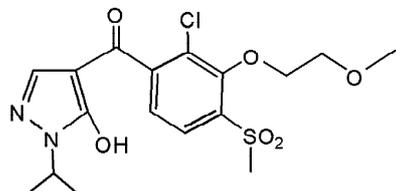
50

Сылочное соединение 1:



(Соединение №1 раскрыто на странице 18 EP0352543A1)

Ссылочное соединение 2:



15 (Соединение №20 раскрыто на странице 21 EP0352543A1)

Пример тестирования 5

Почву с полей гористой местности помещали в горшок, соответствующий 1/1000000

гектара, и засевали семенами различных растений. Когда соответствующие растения

20 достигали предварительно определенной листовой стадии ((1) канатник

Теофраста (*Abutilon theophrasti* MEDIC.): листовая стадия от 3,0 до 3,5, (2) щетинник

гигантский (*Setaria faberi* Herrm.): листовая стадия от 4,0 до 4,5, (3) щетинник

зеленый (*Setaria viridis* L.): листовая стадия от 5,0 до 5,5, и (4) кукуруза (*Zea mays* L.):

25 листовая стадия от 4,0 до 4,3, смачиваемый порошок соединения №2-1 настоящего

изобретения, смачиваемый порошок указанного ссылочного соединения 1 и

смачиваемый порошок указанного ссылочного соединения 2, полученные в

соответствии с общепринятым способом получения, взвешивали таким образом,

30 чтобы активные ингредиенты имели предписанные количества, и разводили водой в

количестве, соответствующем 300 литрам на 1 гектар (содержащий 0,5% об.

сельскохозяйственного распределителя (Destiny HC: WINFIELD SOLUTIONS от LLC).

Растворы для опрыскивания, полученные таким образом, наносили для обработки

листвы с помощью небольшого опрыскивателя.

35 На 7-20-й день после нанесения состояние роста соответствующих растений

наблюдали визуально, и гербицидный эффект оценивали по степени ингибирования

роста (%) от 0 (эквивалент необработанной области) до 100% (полное уничтожение).

Результаты показаны в таблицах 13-16.

40

| ТАБЛИЦА 13 | | |
|---------------------------|---|---|
| Соединение № | Количество активного ингредиента (г/га) | Степень ингибирования роста (%) (20-й день после нанесения) |
| | | Канатник Теофраста |
| 2-1 | 3,5 | 80 |
| Ссылочное Соединение 1 | 3,5 | 45 |
| 45 Ссылочное Соединение 2 | 3,5 | 50 |

50

| ТАБЛИЦА 14 | | |
|------------------------|---|---|
| Соединение № | Количество активного ингредиента (г/га) | Степень ингибирования роста (%) (20-й день после нанесения) |
| | | Щетинник гигантский |
| 2-1 | 3,5 | 83 |
| Ссылочное Соединение 1 | 3,5 | 30 |
| Ссылочное Соединение 2 | 3,5 | 0 |

ТАБЛИЦА 15

| Соединение № | Количество активного ингредиента (г/га) | Степень ингибирования роста (%) (18-й день после нанесения) |
|------------------------|---|---|
| | | Щетинник зеленый |
| 2-1 | 7 | 70 |
| Ссылочное Соединение 1 | 7 | 40 |
| Ссылочное Соединение 2 | 7 | 35 |

ТАБЛИЦА 16

| Соединение № | Количество активного ингредиента (г/га) | Степень ингибирования роста (%) (7-й день после нанесения) |
|------------------------|---|--|
| | | Кукуруза |
| 2-1 | 90 | 0 |
| Ссылочное Соединение 2 | 90 | 25 |

Пример тестирования 6

Почвой (стерилизованная почва:песок=3:1) заполняли (4 л) колонку (9,5 см в диаметре×40 см высотой, область нанесения: 0,007 м²), и водопроводную воду пропускали сверху при помощи перистальтического насоса перед нанесением гербицида, с целью поддержания однородной влажности почвы. Затем 10 мл обрызгивающего раствора, полученного таким образом, чтобы каждый агент (соединение №2-1, указанные ссылочные соединения 1 и 2) находился в концентрации, соответствующей 250 г/га при внесении пипеткой. После внесения воду пропускали снова при скорости 400 мл/час в течение приблизительно 3 часов при помощи перистальтического насоса. После пропускания колонку оставляли отстаиваться в течение 1 дня, затем колонку вертикально разделяли поровну и семена сорго (*Sorghum bicolor* Moench) (вар.: Lucky Sorgo) засевали в ряд. На 14-й день после посева состояние роста растения визуально наблюдали в интервалах 3 см от точки внесения агента, и, таким образом, прорастивание и степень роста оценивали по степени ингибирования роста (%) от 0 (эквивалент необработанной области) до 100% (полное уничтожение), с получением результатов в таблице 17.

ТАБЛИЦА 17

| Степень ингибирования роста (%) против сорго | | | | | | | | | | |
|--|-----|-----|-----|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Глубина (см) от поверхности нанесения | 0-3 | 3-6 | 6-9 | 9-12 | 12-15 | 15-18 | 18-21 | 21-24 | 24-27 | 27-30 |
| Активный ингредиент | | | | | | | | | | |
| Соединение №2-1 | 70 | 19 | 10 | 5 | 3 | 3 | 2 | 1 | 0 | 0 |
| Ссылочное соединение №1 | 58 | 58 | 58 | 60 | 53 | 35 | 28 | 30 | 28 | 15 |
| Ссылочное соединение №2 | 48 | 45 | 47 | 43 | 58 | 55 | 61 | 63 | 35 | 8 |

Из приведенных выше результатов следует, что степень ингибирования роста соединениями сравнения №1 и №2 на глубинах, глубже, чем для соединения №2-1. Таким образом, очевидно, что для соединений сравнения №1 и №2, активный ингредиент сдвигался на большие глубины. В то же время соединение №2-1 оставалось в неглубокой части почвы (в слое от 0 до 9 см). На основании таких результатов, соединение №2-1 рассматривают в качестве превосходного соединения, которое только немного продвигалось вниз от нанесенной части посредством, например,

дождей или водного опрыскивания, и благодаря чему возможность влияния на окружающую среду, такого как загрязнение подземных вод, является крайне низким по сравнению с соединениями сравнения №1 и №2.

Теперь будут описаны примеры композиций настоящего изобретения.

Пример композиции 1

| | | |
|-----|--|----------------------|
| (1) | Соединение настоящего изобретения | 75 массовых частей |
| (2) | Геропон T-77 (торговое название, производство Rhone-Poulenc) | 14,5 массовых частей |
| (3) | NaCl | 10 массовых частей |
| (4) | Декстрин | 0,5 массовых частей |

Указанные выше компоненты помещают в высокоскоростной смешивающий гранулятор, примешивают 20% масс. воды, гранулируют и сушат, с получением гранул, диспергируемых в воде.

Пример композиции 2

| | | |
|-----|---|--------------------|
| (1) | Каолин | 78 массовых частей |
| (2) | Laveline FAN (торговое название, производство DAI-ICHI KOGYO SEIYAKU CO., LTD.) | 2 массовых части |
| (3) | Sorpol 5039 (торговое название, производство TOHO Chemical Industry Co., Ltd.) | 5 массовых частей |
| (4) | Carplex (торговое название, производство DSL. Japan Co., Ltd.) | 15 массовых частей |

Смесь указанных выше компонентов (1)-(4) и соединение настоящего изобретения смешивают в массовой пропорции 9:1, с получением смачиваемого порошка.

Пример композиции 3

| | | |
|-----|--|--------------------|
| (1) | Hi-Filler №10 (торговое название, производство Matsumura Sangyo Co., Ltd.) | 33 массовых части |
| (2) | Sorpol 5050 (торговое название, производство TOHO Chemical Industry Co., Ltd.) | 3 массовых части |
| (3) | Sorpol 5073 (торговое название, производство TOHO Chemical Industry Co., Ltd.) | 4 массовых части |
| (4) | Соединение настоящего изобретения | 60 массовых частей |

Указанные выше соединения (1)-(4) смешивают, с получением смачиваемого порошка.

Пример композиции 4

| | | |
|-----|--|----------------------|
| (1) | Соединение настоящего изобретения | 4 массовых части |
| (2) | Бентонит | 30 массовых частей |
| (3) | Карбонат кальция | 61,5 массовых частей |
| (4) | Toxanon GR-31A (торговое название, производство Sanyo Chemical Industries Co., Ltd.) | 3 массовых части |
| (5) | Лигнинсульфонат кальция | 1,5 массовых части |

Распыленный компонент (1) и компоненты (2) и (3) предварительно смешивают и затем с ними смешивают компоненты (4) и (5) и воду. Смесь экстрадируют и гранулируют, с последующей сушкой и просеиванием, с получением гранул.

Пример композиции 5

| | | |
|-----|---|--------------------|
| (1) | Соединение настоящего изобретения | 30 массовых частей |
| (2) | Zieclite (торговое название, производство Zieclite Co., Ltd.) | 60 массовых частей |

- | | | |
|-----|--|-------------------|
| (3) | New Kalgen WG-1 (торговое название, производство TAKEMOTO OIL & FAT CO., LTD.) | 5 массовых частей |
| (4) | New Kalgen FS-7 (торговое название, производство TAKEMOTO OIL & FAT CO., LTD.) | 5 массовых частей |

5 Компоненты (1), (2) и (3) смешивают и пропускают через pulverизатор, и затем к ним добавляют компонент (4). Смесь замешивают, затем экструдуют и гранулируют, с последующей сушкой и просеиванием, с получением гранул, диспергируемых в воде.

10 **Пример композиции 6**

- | | | |
|--------|--|--------------------|
| (1) | Соединение настоящего изобретения | 28 массовых частей |
| (2) | Soprophor FL (торговое название, производство Rhone-Poulenc) | 2 массовых части |
| (3) | Sorpol 335 (торговое название, производство TOHO Chemical Industry Co., Ltd.) | 1 массовая часть |
| 15 (4) | IP solvent 1620 (торговое название, производство Idemitsu Petrochemical Co., Ltd.) | 32 массовых части |
| (5) | Этиленгликоль | 6 массовых частей |
| (6) | Вода | 31 массовая часть |

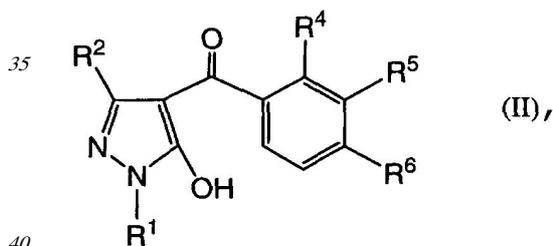
20 Указанные выше компоненты (1)-(6) смешивают и распыляют с помощью машины для мокрого измельчения (Dupo-mill), с получением концентрата суспензии на водной основе.

Полное раскрытие патентной заявки Японии №2008-132190, поданной 20 мая 2008 г., и патентной заявки Японии №2009-003467, поданной 9 января 2009 г., включая их 25 описание, формулу изобретения и реферат, включены в данное описание посредством ссылки во всей их полноте.

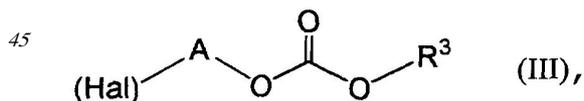
Формула изобретения

30 1. Соединение 1-(1-этил-4-(3-(2-метоксиэтокси)-2-метил-4-(метилсульфонил)бензоил)-1Н-пиразол-5-илокси)этилметилкарбонат или его соль.

2. Способ получения соединения по п.1 или его соли, который включает взаимодействие соединения пиразола, представленного формулой (II), или его соли:



где R¹ является этилом, R² является атомом водорода, R⁴ является метилом, R⁵ является 2-метоксиэтилом и R⁶ является метилсульфонилом с соединением, представленным формулой (III):



где Hal представляет собой галоген, и R³ является метилом и А является -CH(CH₃).

50 3. Гербицид, содержащий соединение по п.1 или его соль, в качестве активного ингредиента.

4. Способ борьбы с нежелательными растениями или ингибирования их роста, включающий нанесение гербицидно-эффективного количества соединения по п.1 или

его соли на нежелательные растения или на место их произрастания.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50