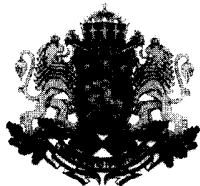


РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ



(19) BG

(11) 97638A

(51) C07D231/16

A01N 43/56

ЗАЯВКА ЗА ПАТЕНТ

ЗА

ИЗОБРЕТЕНИЕ

ПАТЕНТНО ВЕДОМСТВО

(21) Заявителски № 97638

(22) Заявено на 15.04.1993

(24) Начало на действие
на патента от:

Приоритетни данни

(31) 600031 (32) 18.10.1990 (33) US
763762 (32) 25.09.1991 US

(41) Публикувана заявка в
бюлетин № 3 | 31.03.1994

(45) Отпечатано на

(46) Публикувано в бюлетин №
на

(56) Информационни източници:

(62) Разделена заявка от рег. №

(71) Заявител(и):

MONSANTO COMPANY, ., 63167 ST.
LOUIS, 800 NORTH LINDBERGH
BOULEVARD MISSOURI (US);

(72) Изобретател(и):

DUTRA, GERARD A., LADUE (US);
HAMPER, BRUCE C., KIRKWOOD (US);
MISCHKE, DEBORAH A., DEFIANCE (US);
MOEDRITZER, KURT., WEBSTER GROVES
(US); ROGERS, MICHAEL D., MARYLAND
(US); WOODARD, SCOTT S.,
BALLWIN, MO (US);

(74) Представител по индустриална
собственост:

Юлиян Иванов Върбанов, 1421 София,
"Юлиан Върбанов и партньори" ООД

(86) № на PCT заявка:

PCT/ US91/0 / 7521, 11.10.1991

(87) № и дата на PCT публикация:

92/069 / 62, 30.04.1992

(54) ЗАМЕСТЕНИ АРИЛ-ХАЛОАЛКИЛПИРАЗОЛОВИ ХЕРБИЦИДИ

(57) Изобретението се отнася до заместени арилпиразолови съединения с формула i, техните приемливи соли и хидратите им, като във формула i r1 означава алкил, циклоалкил, циклоалкенил, циклоалкилалкил или циклоалкенилалкил, алкенил или алкинил, бензил, като посочените групи могат да бъдат заместени с халоген, amino, нитро, циано, хидрокси, алкокси, алкилтио, групите /a/, /b/, yr10 или nr11r12; r2 е хало алкил, r3 е халоген, r4 има значенията за r1 или означава тиаалкил, алкоксиалкил или полиалкоксиалкил, карбамид, халоген, amino, нитро, циано, хидрокси, c1-10хетероцикъл, съдържащ o, s/o/m и/или nr18 хетероатоми, арил, аралкил или алкарил, или някоя от групите /v/, /r/, yr15 или nr16r17, или две от групите r4 са свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, -c=x-, и/или хетеро o, s/o/m и/или nr18, като образуват затворен пръстен, включващ до 9 члена, които могат да бъдат заместени с която и да е от групите r4; x е o, s/o/m, nr19 или cr20r21; y е o, s/o/m или nr22; r8-22 о значават водород или имат значенията, определени за r4; m е 0-2 и n е от 1 до 5. Изобретението се отнася и до хербицидни средства, съдържащи посочените съединения, до методите за прилагане на тези средства, както и до методите за получаване на съединенията

45 претенции, 0

BG 97638A

ЗАМЕСТНИ АРИЛ-ХАЛОАЛКИЛПИРАЗОЛОВИ ХЕРБИЦИДИ

Изобретението се отнася до хербицидни съединения, най-общо определени с горното наименование, до състави, съдържащи тези съединения и до методите за получаване на последните.

В литературата са известни много заместени 3-арил- и 5-арилпиразолови съединения. Такива съединения имат разнообразни приложения, като например, като междинни съединения в химични синтези, като фармацевтични средства и като хербициди.

Между заместените 3-арил-5-/хало/алкилпиразоли и 5-арил-3-/хало/алкилпиразоли, известни от нивото на техниката, има такива с различни заместители в ариловата и/или пиразоловата части на съединението като например, алкилови, карбонилни, алкоксикарбонилни, формилни, фенилови групи или фенили, заместен с различни групи, като алкилова, нитро, халогенен атом и др. Например, известни са съединения от този тип, в които ариловата част е заместен или незаместен фенилов радикал, в които заместителите са алкилова, циклоалкилова, алкарилова групи, халогенен атом, три-дифлуорметилова група или др. и пиразоловият радикал е заместен на различни места при азотния или въглероден атоми с алкил, халоген, алкокси, хетероцикли, групата $S/O_n R$, в които n е от 0 до 2 и R означава различни радикали, като тези, които се явяват заместители в ариловата или пиразоловата части.

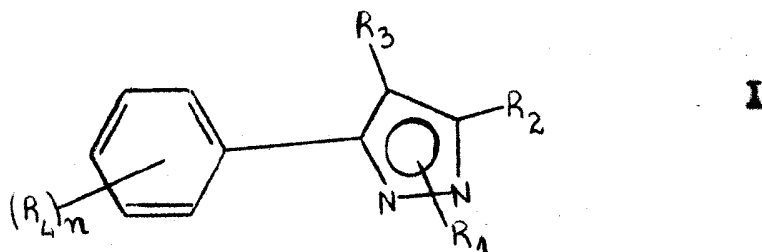
Съединения от горния тип, които са полезни като хербициди, обикновено, изискват разходни норми от порядъка на от пет до десет или повече килограма на хектар, за да се постигне задоволителен контрол върху плевелите. Ето защо, задача на изобретението е да се осигури нов

клас аризинирозолови съединения от горния тип, които имат изключително висока фитотоксична активност по отношение на широк спектър от шевани включително широколистни и тревисти и освен това показват висока степен на сезонност при множество културни растения и по-специално при дребновърнести и/или редови култури, такива като пшеница, ечемик, царевича, соя, цъстърци и др.

Описаните тук, 1-хало/алкил-3-заместен/арил-4-хало-5-халоалкилириволи и 1-хало/алкил-5-заместен/арил-4-хало-3-халоалкилириволи, са нови съединения.

Изобретението се отнася до хербицидно-активни съединения до състави, съдържащи тези съединения, до методи за получаване на съединенията, както и до методи за прилагането им като хербициди.

Хербицидните съединения, съгласно изобретението, имат структура, представена с обща формула I



и включват и земеделски приемливи соли, както и хидрати. В обща формула I R_1 означава C_{1-8} алкил; C_{3-8} циклоалкил, циклоалкенил, циклоалкил-алкил или циклоалкенилалкил; C_{2-8} алкони или алкинил; бензил; като изброените групи могат да бъдат заместени, по желание, с халоген, амино, нитро, циано, хидрокси, алкокси, алкилтио или с някоя от групите:

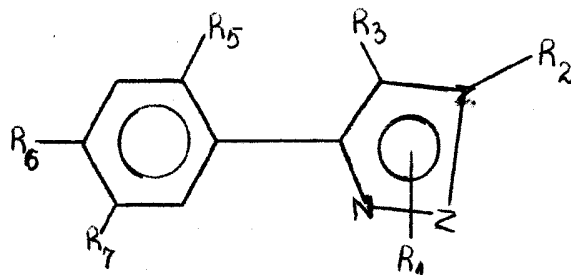
$\begin{matrix} X \\ || \\ -S- \\ || \\ X \end{matrix}$, $\begin{matrix} X \\ || \\ -C- \\ || \\ X \end{matrix}$, U_{10} или $NR_{11}R_{12}$; R_2 е C_{1-5} халоалкил; R_3 е халоген; R_4 има значението, дадено за R_1 . тиоалкил, алкоксиалкил или полиалкоксиалкил, карбадил, халоген, амино, нитро, циано, хидрокси, C_{1-10} хетероцикъл, съдържащ от 1 до 4 кислородни атома, $S/O/m$ и/или NR_{18} хетеро

или атоми, C₆₋₁₂ арил, ароматил или алкирил, или някоя от групите:
-C_nH₁₃, -C_nH₁₄, UH₁₅ или NH₁₆H₁₇.

X X

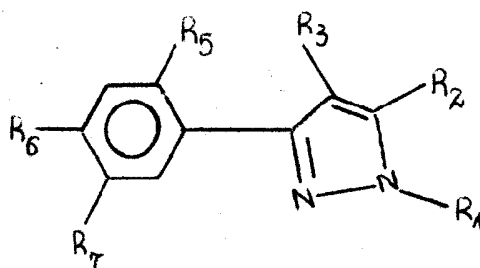
Всеки две R₄ групи могат да бъдат свързани посредством наситена и/или не наситена въглеродна връзка, -/C-X/-, и/или хетеро O, S/O, и/или групата NH₁₈, като образуват шестъстен пръстен, включващ до 9 члена, които могат да бъдат заместени с всяка от групите R₄, X е O, S/O, NH₁₉ или C₂₀H₂₁; Y означава O, S/O, или NH₂₂; R₈₋₂₂ означават водороден атом или имат значенията, дадени за една от групите R₄; m е 0-2 и n е 1 до 5.

Предпочитан подклас на заместените арилираболови съединения, съгласно изобретението, включва съединенията с обща формула II:



както и техните земеделски-промишлени соли и хидрати. В обща формула II R₁ означава C₁₋₅ алкил, алкилтио, алкоксималкил, C₂₋₄ алкенил, бензил, които групи могат да бъдат заместени, по желание, с амино, нитро, циано, хидроксимлова група или с групата -C-UH₈; R₂, R₃, X, Y и R₈ имат значенията, дадени за формула I; R₅ е халогенен или водороден атом; R₆ и R₇ имат значенията, дадени за R₄ във формула I.

Особено предпочитани съединения, съгласно изобретението са тези, представени с обща формула III



както и техните хидрати и земеделски-приемливи соли. В обща формула II R_1 означава C_{1-5} алкил; R_2 , R_3 и R_5 имат значенията, определени по-горе R_6 е халоген, нитро, циано, NR_{10} ; R_7 е водород или има значенията, дадени за R_4 и R_6 и R_7 са свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, $-C-X-$, и/или хетеро O, S/O, и/или NH_{18} , като образуват затворен пръстен, съдържащ до 9 члена, които може да бъде заместен с всяка от групите R_4 , при условие, че когато споменатата връзка съдържа $-CO-NH_{18}$, то затвореният пръстен е най-малко 6-членен и X, Y, R_{18} и имат дадените вече значения.

Много предпочитани са съединенията с обща формула III, както и техните земеделски-приемливи соли и хидрати, като във формула III R_1 е метил; R_2 е CF_3 , CF_2Cl или CF_2H ; R_3 е хлор или бром, а R_5 е флуор; R_6 е хлор; R_7 е пропаргилокси, ацетокси, полиацетокси, $OCH/R_{23}/-COH_{24}$, където R_{23} е водород, метил или етил и R_{24} е NR_{10} или $NH_{11}R_{12}$ R_6 и R_7 са свързани посредством връзката $-OCH_2/C=O/N/R_{18}/$, като образуват кондензиран 6-членен пръстен, а Y, R_{10-12} и R_{18} имат вече дадените значения.

Предпочитани съединения, съгласно изобретението, са следните:

4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилокси/енил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол;

2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуоретиокси/пропанова киселина, или етилов естер;

1-метилетил естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуоретиокси/оцетна киселина;

4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиетокси/енил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол;

4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиетокси/енил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол;

2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флу

орфенокси/оцетна киселина, неми 1,1-диметилетиллов естер;

2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/тридлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорорфенокси/оцетна киселина;

2-етокси-1-метил-2-оксоетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/тридлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоената киселина;

2-метокси-1-метил-2-оксоетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/тридлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоената киселина;

етиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/тридлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоената киселина;

1-метилетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/тридлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоената киселина; и

6-/4-хлор-1-метил-5-/тридлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропинил/-2H-1,4-бензоксазин-3-/4H/-он.

Докато всички горенаброени съединения показват особена ефективност при използване в голям брой култури, то сегашните опити сочат, че ~~те~~ специален интерес представляват съединения № 135, 137, 261, 262 и 446. Тези съединения осигуряват изключителен контрол върху устойчиви широколистни плевели, такива като: *Amaranthus* sp., *Xanthium* sp., *Abutilon theophrasti* и *Sesbania Exhaltata* в различни култури, като царевица, соя, ядмови растения, както и в горско отношение на дървета и лозя. Други съединения, съгласно изобретението, проявяват отлично хербицидно действие върху плевели в други култури като пшеница и ечемик. Някои от съединенията, съгласно изобретението, имат повече от един възможен стереоизомер и тези стереоизомери могат да се различават в хербицидното си действие. С показаните структури се цели да се включат всички възможни стереоизомери.

Горните съединения са подходящи за прилагане по различни методи, като например, преди поникване, и/или след поникване, повтаряно, преди сеитва /преди разсаждане/ и др.

Друг аспект на изобретението обхваща методите за получ

ване на съединенията, представени с общи формули от I до III, на техните прекурсори, междинните съединения и/или изходните вещества. Подробеността относно методите за получаване са дадени по-долу.

Изобретението се отнася и до хербицидни състави, съдържащи съединенията с общи формули I-III, както и до методите за прилагане на тези съединения за контролиране на нежелани плевели.

В обхвата на изобретението се включва и формулирането на заместените арилпиразоли с формули I-III в състави, съдържащи и други хербицидни съединения като съхербициди, такива като, ацетамиди, по-специално ацетамидиди, тискарбамати, карбамиди, сулфонилкарбамиди, сулфонамиди, изадазолинони, бензоена киселина и нейните производни, диалкилови етери, соли на гликозата и др.

В такива хербицидни формулировки, по желание и ако е подходящо, могат да се включват и други добавки, като например, антидоти за хербицида/ите/, агенти, контролиращи различни увреждания на растенията, като фунгициди, инсектициди, нематоциди и други пестициди.

Термините "алкил", "алкенил" и "алкинил", използвани тук както самостоятелно, така и в съчетания, като халоалкил, халоалкенил, алкокси, алкоксиалкил и др., включват правовержни или с разклонена верига групи. Предпочитани алкилови групи са нисшите алкили, съдържащи от 1 до 4 въглеродни атома, а предпочитани алкенилови и алкинилови групи са тези, съдържащи от 2 до 4 въглеродни атома.

Терминът "халоалкил" означава алкилови радикали, заместени с един или повече халогенни /хлорни, бромни, водни или флуорни/ атома; предпочитани радикали от тази група са тези с от 1 до 4 въглеродни атома и по-специално халометилните радикали, като например, трифлуорметил. В полихалоалкиловите групи халогенните атоми могат да бъдат едни и същи или смесени.

Представителни, но неограничаващи, алкилови, алкенилови, алкинилови, циклоалкилови, циклоалкенилови и цикло

алкилалкилови групи са следващите: метилова, етилова, изомерни пропилони, бутилови, пентилови, хексилови, хептилови, октилови, нонилов и, децилови и т.н.; винилова, ацетилова, кротилова, метилова, изомерни бетилови, пентетилови, хексетилови, хептетилови, октетилови; етилов изомерни пропанилови, бутанилови, пентанилови, хексанилови, и т.н.; алкоксилите, полиалкоксилите, алкоксиалкиловите, и полиалкоксиалкиловите аналози на горните алкилови групи, като например, метокси, етокси пропоксилови, бупоксилови, пентоксилови и хексоксилови, както и съответните полиалкоксилони и алкоксиалкилови аналози, като метоксиетокси метоксиетокси, етоксиметокси, етоксуетокси, метоксиетил, етоксуетил, етоксиметил, етоксуетил, пропоксиметил, изопропоксиметил, бупоксиметил, изобупоксиметил, трет.-бупоксиметил, пентоксиметил, хексоксиметил и др.; циклопропил, циклобутил, циклопентил, циклохексил, циклохептил, циклопропилметил, циклобутилметил, циклопентилметил и др.; изомерните циклопентени, циклохексени и циклохептени с една или две ненаситени връзки; представителни ариливи, арилалкилови и алкариллови групи включват фенил, изомерните толуил, ксиллил, бензил, нафтил и др.

Представителни моно-, ди- и три-халоалкилови групи са: хлоретил, хлоретил, брометил, брометил, йодетил, йодетил, хлорпропил, бромпропил, йодпропил, 1,1-дихлоретил, 1,1-диброметил, 1,1-дихлорпропил, 1,2-дихлорпропил, 2,3-дихлорпропил, 1-хлор-2-брометил, 2-хлор-3-бромпропил, трийодетил, трихлоретил и др.

Представителни хетероциклически групи са: алкилтиадиазолил, пиперидил; пиперидилалкил; диоксоланалкил; тиазолил; алкилтиазолил; бензотиазолил; халобензотиазолил; фурил; алкил-заместен фурил; фурилалкил; пиридил; алкилпиридил; алкилоксазолил; тетраhydroфурилалкил; 3-цинотиенил; тиенилалкил; алкил-заместен тиенил; 4,5-полиалкилентиенил; пиперидинил; алкилпиперидинил; пиридил; ди- или тетра-хидропиридинил; алкилтетраhydroморфолил; алкилморфолил; азабициклопони; диазабицикло-алканил; бензоалкилпирролидинил; оксазолидинил; перхидрооксазолидинил;

алкилоксазонидни; фурилкоксазонидни; тиеникоксазонидни, пиридилкоксазонидни; пиридинилкоксазонидни, бензококсазонидни, C₃-7-спироциклоалкилоксазонидни, алкилгаланоленни; алкилденегаино; пиридинил; пиперидонил; перхидроазепинил; перхидроазоцинил; пирасонил; дихидропирасонил; пиперазинил; перхидро-1,4-дiazепинил; хинолинил, изохинолинил ди-, тетра- и перхидрохинолинил- или -изохинолинил; индолил и ди- и перхидроиндолил, като споменатите хетероцикли могат да бъдат заместени с радикали, от тези, посочени при формули I-III.

Под "земеделски-приемливи соли" на съединенията, включени в горните формули, се разбира сол или соли, които лесно се ионизират във водна среда, като образуват катион или анион на съответните съединения, както и съответния солев анион или катион. Тези соли не влобавят корозионните свойства на дадения хербицид, което дава възможност за формулиране на различни смеси, като например, на хербицидно-антидот на състави, без допълнителни проблеми при смесването, суспендирането, стабилизирането, използването на съоръженията за прилагане, опаковането и т.н.

Под термина "хербицидно-ефективно" количество се разбира количеството хербицид, необходимо, за да предизвика значително увреждане или деструкция /унищожаване/ на голяма част от нежеланата растителност или плевелите. Независимо от това, че няма строго правило, желателно е от търговска гледна точка 80-85% или повече от плевелите да бъдат унищожени, въпреки че търговски значимо потискане на развитието на плевели се счита и много по-ниска степен и по-специално при някои много вредни, хербицидно-устойчиви растения.

Съединенията, съгласно изобретението, се получават удобно по различни методи, описани по-долу.

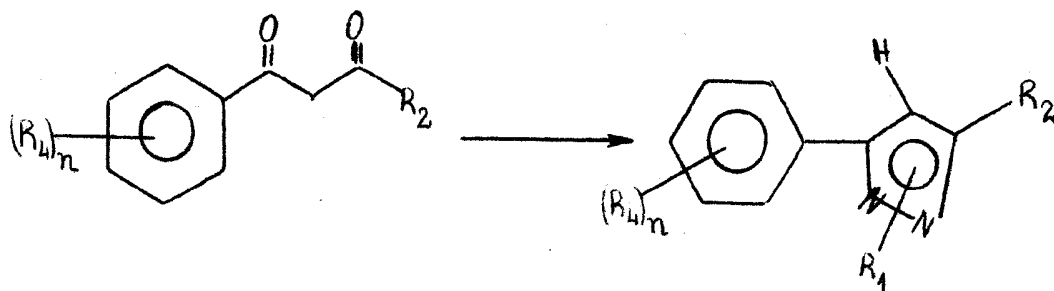
В широк смисъл, предпочитаният общ метод за получаване на съединенията с формули I-III най-добре се разглежда чрез разделянето му на етапи, при които се получават необходимите междинни съединения.

ния, прекурсорите и крайните продукти с горните формули. Продуктите от "Метод I" осигуряват междинните вещества, необходими за "Методи II-XVI". Съединенията с формули I-III се получават както по един от методите "II-XVI", така и чрез комбинация на "методи II-XVI". За специалиста е разбираемо, че се имат пред вид всички възможни различни модификации. Конкретни изпълнения са описани в примери 1-4 по-долу.

В последователността на реакционните етапи, описани по-долу, различните символи, обозначаващи радикаловите заместители, като например, R_1 - R_{24} , X, Y и др., имат същите значения, определени за съединенията с формули I-III, ако не е въведено ограничение или да е казано друго.

МЕТОД I

Този метод разкрива получаването на важни междинни съединения с формула B или на техни изомерни смеси, които се използват в общата технологична схема за получаване на съединения с формули I-III.

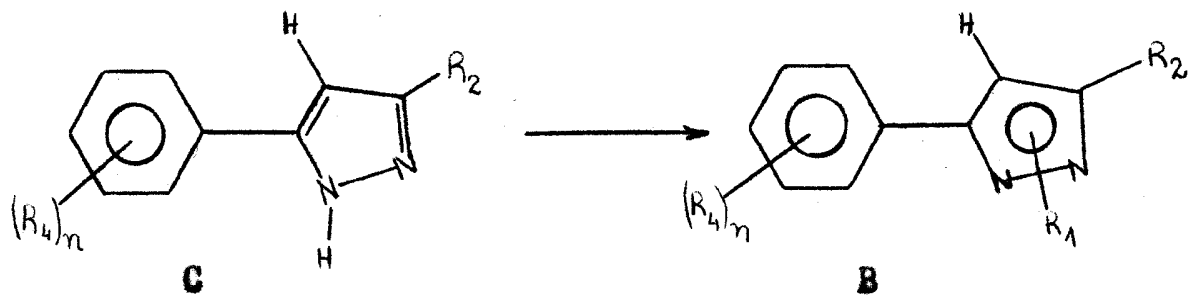


Като изходно съединение за получаване на съединение с формула B се използва съединение с формула A. Съединенията с формула A се получават по известни начини от заместени ацетофенони, които също са познати; структурата, показана за формула A включва всички възможни тавтомерни форми или техни смеси. Съединенията с формула A могат да се получат в коа да е безводен разтворител или в смес от разтворители; предпочитани разтворители са етер, алкохоли, диметилсулфоокис, толуол, бензол и др. Получаването се осъществява чрез взаимодействие на замес-

тен ацетонен, в присъствието на естер, със силна основа, такава като алкален алкохолат, алкален амид или алкален хидрид с алкални алкохоли такива като натриев метилат. Реакционната температура е в границите от -100°C до 200°C , за предпочитане от -78°C до 50°C . Реакционното време може да се избере в интервала от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и т.н. След приключване на реакцията, съединението с формула А се изолира чрез разреждане на реакционната смес с вода, което може да бъде последвано от подкиселяване на водния слой или алтернативно, чрез разреждане на реакционната смес с воден разтвор на киселината. Следователно, продуктът се изолира по метод, използващ кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартните методи. Циклизирането на този междинен продукт до съединение с формула В се провежда във всеки подходящ разтворител чрез обработване с хидразин или заместени хидразини, като с алкилхидразини се предпочитат. Реакционната температура е в границите от -78°C до 200°C , за предпочитане от 10 до 120°C . Реакционното време се избира в интервала от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и т.н. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и т.н.

В случай, че се добави хидразин към съединение с формула А, полученият пиразол с формула С може да се обработи с алкилиращ агент до получаване на съединение с формула В. В този случай, продукти с формула В се получават чрез взаимодействие на горното съединение с алкилиращ агент, като метилоксид, бензилбромид, алилбромид, диметилов етер и др. Предпочитани разтворители са толуол, диметилсулфоксид, ацетон, диметилформамид, диоксан и др. Реакцията може да се проведе в присъствие или в отсъствие на основа. В случаите, в които се използва ос-

нова, то тя може да бъде алкалометален карбонат или хидроксид, като натриев карбонат или натриева основа. Реакционната температура е в границите от -78°C до 200°C , за предпочитане от 10 до 120°C . Реакционното време може да бъде в интервала от няколко минути до няколко седмици в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и т.н. След като завърши реакцията продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства, като се прилагат стандартни методи, такива като екстракция, кристализация, колона хроматография и др.

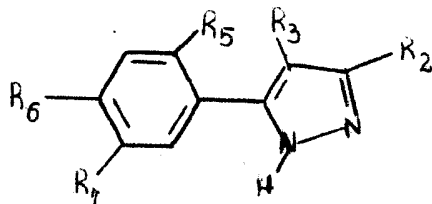


Съединенията, представени с формула С могат да съществуват в две възможни тавтомерни форми, както 5-арилпиразол, така и 3-арилпиразолът. 5-арилпиразолът, представен с формула С, включва и двете възможни тавтомерни форми. В таблица 1 са изброени характерни примери за съединения с формула С.

Във всички таблици по-нататък температурите на кипене и топене са дадени в $^{\circ}\text{C}$, а индексите на рефракция /пречупване/ са определени при 25°C , ако не е казано нещо друго.

ТАБЛИЦА 1

ФИЗИЧНИ ДАННИ ЗА 1-Н-5-АРИЛИДРАЗОЛИ



Съедине- ние №	R ₂	R ₃	R ₅	R ₆	R ₇	Физични данни /т.т., °С/
1	CF ₃	H	H	F	H	114.5-116.5
2	CF ₃	H	Cl	F	H	116.5-117.5
3	CF ₂ Cl	H	F	Cl	OCH ₃	177.0
4	CF ₂ CF ₃	H	F	Cl	OCH ₃	135.0
5	CF ₃	H	F	H	F	156.0-157.0
6	CF ₃	H	F	F	H	157.0-158.0
7	CF ₃	H	H	Cl	H	150.0-151.0
8	CF ₂ Cl	H	H	Cl	H	148.5-150.0
9	CF ₃	H	F	Cl	OCH ₃	209.0-210.0
10*	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₃	186.0
11	CF ₃	H	F	Cl	H	152.0-154.0
12	CF ₂ H	H	F	H	F	146.0
13	CF ₃	H	F	Cl	CH ₃	159.0-160.0
14	CF ₃	H	F	OCH ₃	H	138.0

*Съединение № 10 е получено от съединение № 9 като се прилага метод II.

2-флуор-4-хлор-5-метоксиацеторенонът, използван за получаване съединения № 3, 4 и 9, като се прилага горният метод, се получава от 2-хлор-4-флуоранизон, които пък може да се получи от 2-хлор-4-флуоронил по методи, описани в /С.А. Вилкоч и D. В. Ратсон, *Survey of Organic Synthesis*, pages 285-382, Wiley-Interscience, New York,

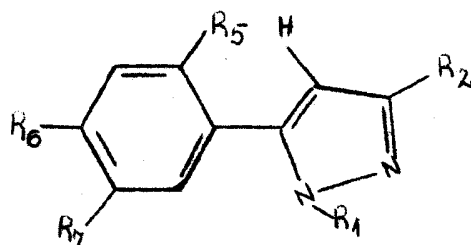
1970/. Взаимодействието на 2-хлор-4-флуоранизол с титанов тетра-
и дихлорметилметилетер при стайна температура води до получаване на 2-
флуор-4-хлор-5-метоксибензалдехид. 2-флуор-4-хлор-5-метоксибензалдехидът
се превръща в 2-флуор-4-хлор-5-метоксиацетофенон чрез взаимодействие с
метилово производно на реактива на Гринярд, следвано от окисление по из-
вестните стандартни методи.

Гореспоменатият 2-флуор-4-хлор-5-метоксиацетофенон и него-
вият аналогичен прекурсор, 2-флуор-4-хлор-5-метоксибензалдехид и методите
за получаването им са открити от други изобретатели /Вилс С. Нанрег и
Kinorick I. Leschinsky/, използвани тук като приносници.

В таблици 2 и 3 са показани характерни примери на съедине-
ния, получени по метод I.

ТАБЛИЦА 2

ФИЗИЧНИ ДАННИ ЗА 1-АЛКОЛ-5-АРИЛПИРАЗОЛИ



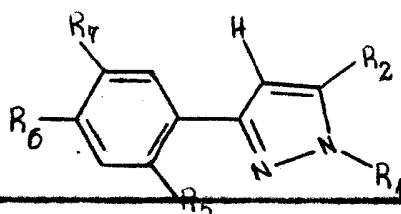
съеди- нение №	R ₁	R ₂	R ₅	R ₆	R ₇	Физични данни /т.т. и т.д./
15	CH ₃	CF ₃	Cl	Cl	H	85.0°C
16	CH/CH ₃ / ₂	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	75.0°C
17	CF ₂ H	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	76.0°C
18	CH ₃	CF ₃	H	NO ₂	H	116.5-121.0°C
19	CH ₃	CF ₃	H	NO ₂	OCH ₃	105.0-107.0°C
20	CH ₃	CF ₃	F	H	F	38.0-39.0°C
21	CH ₃	CF ₃	F	F	H	37.0-38.0°C
22	CH ₃	CF ₃	H	Cl	H	26.6-28.3°C

ТАБЛИЦА 2 - ПРОДОЛЖЕНИЕ

Съединение №	R ₁	R ₂	R ₅	R ₆	R ₇	Физични данни /т.т.р. n _D /
23	CH ₃	CF ₂ Cl	H	Cl	H	31.0-32.0°C
24	CH ₃	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	119.5°C
25	CH ₂ CH ₃	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	84.0°C
26	CH ₂ CO ₂ CH ₃	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	98.5°C
27	CH ₃	CF ₃	H	OCH ₃	NO ₂	140.0°C
28	CH ₃	CF ₃	Cl	Cl	F	n _D : 1.5221 /25°C/
29	CH ₃	CF ₃	F	Cl	H	70.0-72.0°C
30	CH ₃	CF ₂ H	F	H	F	83.0°C
31	н.-бутил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	n _D : 1.5068 /25°C
32	н.-пропил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	78.0°C
33	бензил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	вискозно масло
34	алил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	58.0°C
35	CH ₃	CF ₃	F	Cl	CH ₃	50.0-52.0°C

ТАБЛИЦА 3

ФИЗИЧНИ ДАННИ ЗА 1-АЛКИЛ-3-АРИЛПИРАЗОЛИ



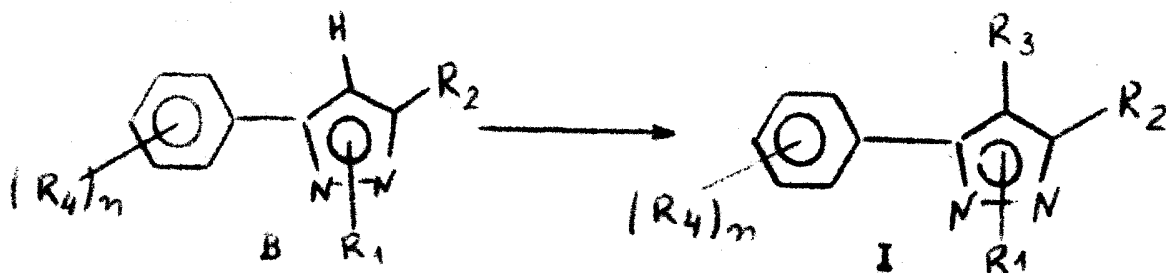
Съединение №	R ₁	R ₂	R ₅	R ₆	R ₇	Физични данни /т.т.р. n _D /
36	CH ₃	CF ₃	Cl	Cl	H	45.0°C
37	CH ₃	CF ₃	F	OCH ₃	H	n _D : 1.5139 /25°C

ТАБЛИЦА 3 - ПРОДОЛЖЕНИЕ

Соединение №	R ₁	R ₂	R ₅	R ₆	R ₇	Физич. данные /т.т. и n _D /
38	CH ₃	CF ₃	Cl	F	H	быстро масло
39	CH ₃	CF ₃	H	NO ₂	H	101.0-103.0°C
40	CH ₃	CF ₃	F	H	F	n _D 1.4925 /25°C/
41	CH ₃	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	121.0°C
42	CH ₃	CF ₃	F	F	H	51.0°C
43	CH ₃	CF ₃	H	Cl	H	55.5-57.5°C
44	CH ₃	CF ₂ Cl	H	Cl	H	39.3-40.1°C
45	C ₂ H ₅	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	73.5°C
46	CH ₃	CF ₃	H	OCH ₃	NO ₂	133.0°C
47	CH ₃	CF ₃	Cl	Cl	F	35.0-38.0°C
48	CH ₃	CF ₃	F	Cl	H	45.0-47.0°C
49	CH ₃	CF ₂ H	F	H	F	48.0-49.0°C
50	CH ₃	CF ₃	F	Cl	CH ₃	48.0-49.0°C
51	CH ₂ CO ₂ CH ₃	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	116.5°C
52	н.-бутил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	42.0°C
53	н.-пропил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	72.0°C
54	CH/CH ₃ /2	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	69.5°C
55	CF ₂ H	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	116.5°C
56	бензил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	69.0°C
57	алил	CF ₃	F	Cl	OCH ₃	55.0°C
58	CH ₃	CF ₂ H	F	Cl	CH ₃	41.0-43.0°C
59	CH ₃	CF ₂ CF ₃	F	Cl	OCH ₃	84.0-85.0°C
60	CH ₃	CF ₂ Cl	F	Cl	OCH ₃	73.0-74.0°C
61	CH ₃	CF ₃	H	F	H	прозрачно масло

МЕТОД II

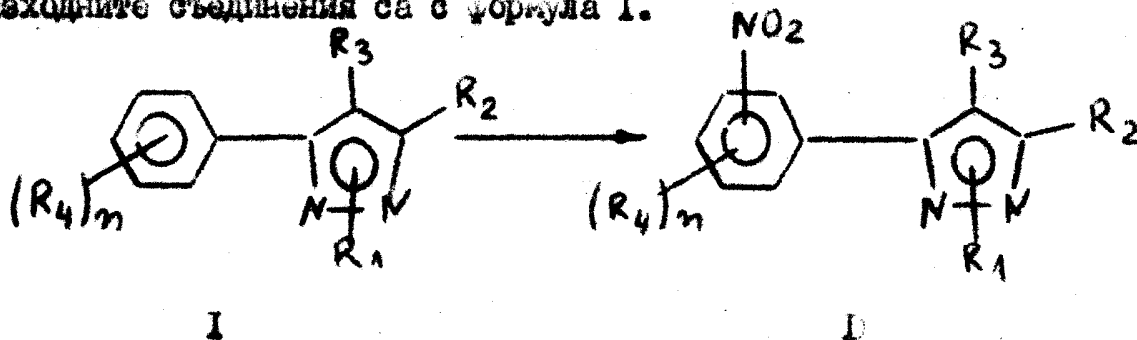
Тук се описва получаването на един клас от продуктите с формула I, където R_3 е халоген, чрез халогениране на съответното съединение с формула B. Съгласно този метод, R_1 може да бъде предварително дефиниран и допълнително да включва водород.



В тази реакция може да се използва всеки инертен разтворител, който не забавя /затруднява/ чувствително протичането на реакцията или реакцията може да се проведе без разтворител. Примери за такива разтворители /без да ограничават избора/ са: органични киселини, неорганични киселини, въглеводороди, халогенирани въглеводороди, ароматни въглеводороди, етери и сулфици, сулфоксици или сулфони. Подходящи халогениращи агенти за горната реакция са: бром, хлор, N-бромсукцинимид, N-хлорсукцинимид, сулфурилхлорид и др. Когато се работи с някои халогениращи агенти, се предпочита да се използва органичен перексид или светлина като катализатор. Количеството на халогениращия агент е в границите от под един моларен еквивалент до излишък. Реакционната температура е в границите от -100°C до 200°C , за предпочитане от 10 до 100°C . Продължителността на реакцията може да бъде от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След приключване на реакцията продуктът се изолира чрез разреждане на реакционната смес с вода и следваща кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартните методи.

МЕТОД III

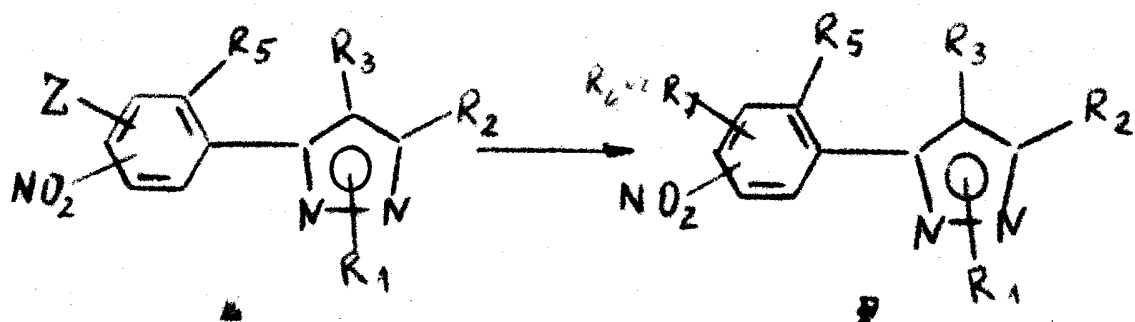
Отнася се до получаване на съединения с формула **II** /съединения с формула **I**, в която един от радикалите R_4 е нитро група/, като изходните съединения са с формула **I**.



Като нитриращи агенти за тази реакция са подходящи концентрирана азотна киселина, димяща азотна киселина, смеси от азотна киселина и концентрирана сярна киселина, алкилнитрати и ацетилнитрат. Могат да се използват разтворители, като минерални киселини, органични киселини, органични разтворители, като оцетен анхидрид или метиленоксид, и вода или смеси от тези разтворители. Нитриращият агент се използва в еквиваларни количества или в излишък. Реакционната температура е в границите от -100°C до 200°C , за предпочитане от -10°C до 10°C . Реакционното време може да бъде от няколко минути до няколко дни в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез разреждане на реакционната смес с вода и следваща кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства като се прилагат стандартните методи.

МЕТОД IV

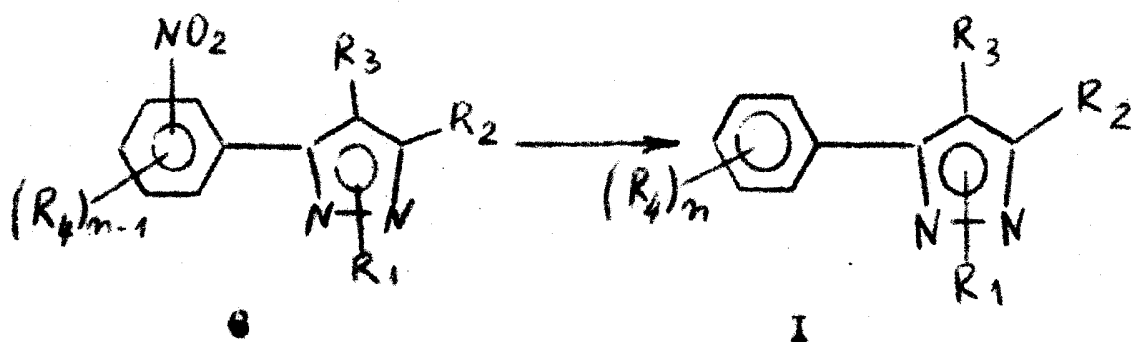
По този метод се получават един клас продукти с формула **F** /една разновидност на съединенията с формула **II**/ чрез заместване на радикала **Z** от съответното съединение с формула **E**, където **Z** е подходяща отщепяваща се група от предварително определените групи R_4 .



Образуването на продукти с формула **B** протича при взаимно - действие на съединения с формула **A** с алкохолат, тиоалкохолат, амин и др. или алкохол, меркаптан, амин и др., в присъствие на основа в подходящ разтворител или смес от разтворители. Предпочитани разтворители са: диметилсулfoxид, ацетон, диметилформамид, диксан, вода и др. или смеси от разтворители, включително двуфазни смеси /като вода и мтиленхлорид или друг органичен разтворител/. Основата може да бъде органична /такава като триалкиламин или друг органичен амин/ или неорганична /алкален карбонат, като например, калиев или натриев карбонат или алкалометален хидроксид, като натриева основа/. В случай, че се работи с две несмесими течни фази, е добре да се прибави фазово-преносен катализатор, такъв като бензилтриалкиламониев халид или друга амниева сол. Реакционната температура е в границите от -100°C до 200°C , за предпочитане от -10 до 100°C . Реакционното време може да бъде от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След приключване на реакцията продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартните методи, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

МЕТОД V

По този метод се получават съединения с формула **I** от съединения с формула **B** /съединения с формула **I**, в която един от радикалите R_4 е нитро група/.



В първия етап на този двуетапен метод съединения с формула **G** се редуцират до получаване на производно с формула **I**, в която един от радикалите R_4 е аминна група. Подходящи редуциращи агенти за кисела среда са метали, като желязо, цинк или калай, като тези примери не ограничават избора на редуктор. Използваният разтворител в реакцията може да бъде както органична, така и неорганична киселина, като например, оцетна или солна киселина и може да се прилага като концентриран киселинен разтвор или като разреден воден разтвор. Реакционната температура е в границите от 0°C до 200°C , за предпочитане от 10°C до 120°C . Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез разреждане на реакционната смес с вода и по-нататък може да се приложи кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартните методи.

Алтернативно, съединения с формула **G** могат да се редуцират чрез каталитично хидриране. За последното, което може да се проведе при атмосферно или при повишено налягане, подходящи катализатори са: Раней-никел, палладий-въглерод, палладиево черно, палладий върху подходящ носител, палладиев оксид, платина, платиново черно и др. Разтворител може да бъде всеки инертен разтворител, които не забавя чувствително реакцията, включително, алкохоли, етери и др. След завършване на реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартните методи.

ди, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

Б. Амино групата в продукта от етап А може да се превърне в различни функционални групи, като например халогенна /за предпочитане цианова, хидроксилна и др. В случай, че амино групата се превръща в халоген, разтвор или суспензия на продукта от етап А се обработва с медни соли, включително куприхалиди, купрохалиди, смеси от купри- и купрохалиди или други медни соли и техни смеси и с алкилнитрит или с органичен нитрит, като трет.-бутилнитрит. В тази реакция може да се използва всеки подходящ разтворител, въпреки че се предпочитат безводни разтворители, като безводен ацетонитрил. Реакционната температура е в границите от 0 до 200°C, за предпочитане от 10 до 100°C. Реакционното време е в границите от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След приключване на реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства, като се прилагат стандартните методи, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

Алтернативни процеси за превръщане на амино-радикала в различни функционални групи, включително такива, споменати в по-горни параграфи, обхващат използването на различни общирни реакции, като например, реакциите на Сендмeyer, на Митчел или други реакции, в които се прилагат diazonиеви соли като междинни съединения.

МЕТОД VI

Съгласно този метод се получават съединения с формула I в която един от R_4 радикалите е UH , от съединения с формула I, в които един от радикалите R_4 е NR_{15} и R_{15} е различен от водород.

Реакцията може да се проведе в разтвор или суспензия, като се използва подходящ разтворител, но може да протече и без разреждане. Може да се използва Льюисова киселина, като BF_3 , $AlCl_3$, и др. или неорганична, или органична киселина, като концентрирана или водна

содна киселина, сярна киселина, бромоводородна киселина, оцетна киселина или друга. Алтернативно, могат да се използват нуклеофилни агенти за деалкилиране, включително, триметиламинов хидрид, цианидни соли, меркаптидни соли, алкалометални халиди и др. Реакционната температура е в границите от 0 до 200°C, за предпочитане от 10 до 100°C. Реакционното време е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или центриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства, като се прилагат стандартни методи, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

МЕТОД VII

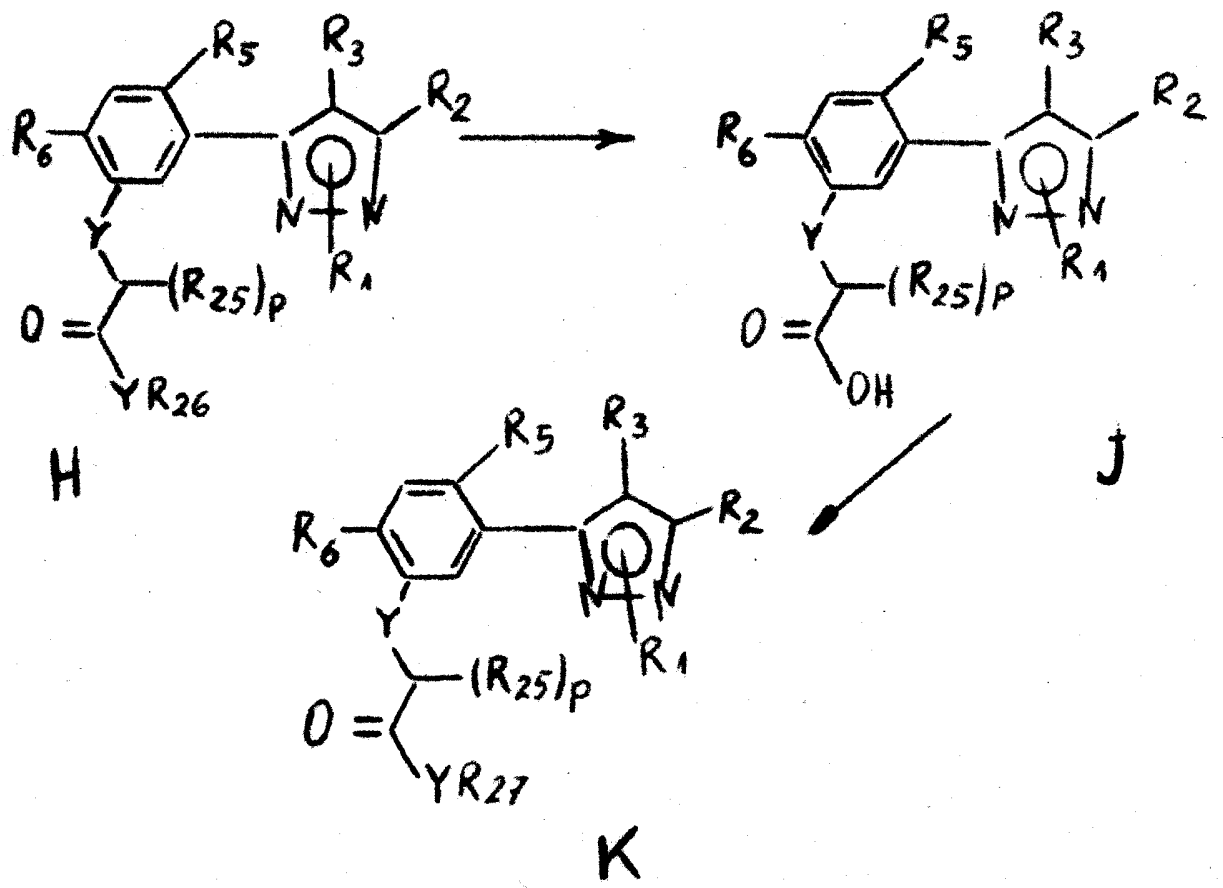
Съгласно този метод се получават съединения с формула I /които включва съединенията с формули II и III/, за които един от R_4 радикалите е NR_{15} и R_{15} е различно от водород, от съединения с формула I, за които един от радикалите R_4 означава UH или $NR_{16}R_{17}$.

В представените изпълнения на този метод, получаването и гореспределените продукти може да се осъществи чрез взаимодействие на изходното вещество с алкилиращ агент, като алкилхалид или алкилсулфонат, например, метилиодид, алилбромид, пропартилбромид, метилфенилсулфонат и др. или с алкилиращ агент. Реакцията протича в подходящ разтворител или в смес от разтворители, с или без катализатор, в присъствието или в отсъствието на основа. Предпочитани разтворители са: диметилсулфоксид, ацетон, диметилформамид, диоксан и др. или смеси от разтворители, включващи двете фази /такива като вода и метиленхлорид или друг органичен разтворител/. В случай, че се използват две несмесваеми течни фази, благоприятно се отразява добавянето на фазово-преносим катализатор, като бензилтриалкиламониев халид или друга амониева сол. Основата може да бъде органична /като триалкиламин или друг органичен

амин/ или неорганична / алкални металови карбонат, като калиев или натриев карбонат или натриева основа/. Реакционната температура е в границите от 0 до 200°C, за предпочитане от 10 до 100°C. Реакционното време е в интервала от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/ или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи, такива като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

МЕТОД VIII

По този метод се получават съединения с формула К /съединения с формула II, за които R_7 означава $YCH_{2-p}/R_{25}/pCOVR_{27}/$ от съответните съединения с формула Н. Радикалите R_{25-27} имат значенията, предварително определени за радикалите R_4 . Радикалите Y имат независимо един от друг по-рано определените значения, а p е цяло число от 0 до 2.



А. В първия етап на този двуетапен метод съединения с формула И се превръщат в съединения с формула J чрез хидролиза на радикала UR_{26} . Реакцията се провежда в подходящ разтворител или в смес от разтворители, с или без катализатор, в присъствието на база или киселини. Предпочитани разтворители са: вода, алкохоли, диоксан, диметилоулфоксид, оцетна киселина, ацетон, диметилформамид и др. Ако хидролизата е алкална, се предпочитат неорганични основи, като алкални хидроксиди. За киселинна хидролиза се използват неорганични киселини, като концентрирана солна или сярна киселина, органични киселини или смеси от такива киселини. Реакционната температура е в границите от около $0^{\circ}C$ до $200^{\circ}C$, за предпочитане от 10 до $100^{\circ}C$. Реакционното време е в интервала от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез разреждане на реакционната смес с вода и/или обработване на разтвора с киселина /в случай на алкална хидролиза/ и следваща кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства с прилагане на стандартни методи.

В. Последният етап на този метод включва превръщане на съединения с формула J в съединения с формула К по които и да е от стандартните начини за получаване на производни на карбоксилни киселини. Този етап е една реакция на естерификация или на получаване на амид. Естерификацията се провежда като се използва излишък от алкохола, съответстващ на конкретния /желания/ естер в присъствието на минерална киселина /например, сярна киселина/. Амидните производни се получават чрез взаимодействие на съединения с формула J с желания амин, TR_{27} разтворител или в подходящ разтворител. Естерификацията или реакцията на образуване на амид могат да се провеждат, също, в присъствието на инициален разтворител или на дехидратиращ /обезводняващ/ агент.

Алтернативно, продуктът от етап А може да се превърне в киселинен халид или анхидрид и да взаимодейства с алкохол или амин. Получаването на киселинния халид протича в присъствието на халогениращ агент, като например, тионилхлорид, фосфорен пентахлорид, оксалилхлорид и др., с или без инертен разтворител. Може да се използва всеки инертен разтворител, който не затруднява протичането на реакцията. Освен това, може да се добави каталитично количество от аминова база, като триетиламин, пиридин или диметилформамид или др. подобна, за да се ускори реакцията. Реакционната температура е в границите от -20°C до температурата на кипене на използвания разтворител. Реакционното времетраене е в интервали от няколко минути до 48 часа, в зависимост от количествата на реагентите и реакционната температура. След като завърши реакцията, излишъкът от халогениращ агент и разтворител/и/ се отделя от реакционния продукт чрез изпарение или дестилация. Полученият киселинен халид може да взаимодейства с амин или алкохол директно или да бъде пречистен по обичайните начини.

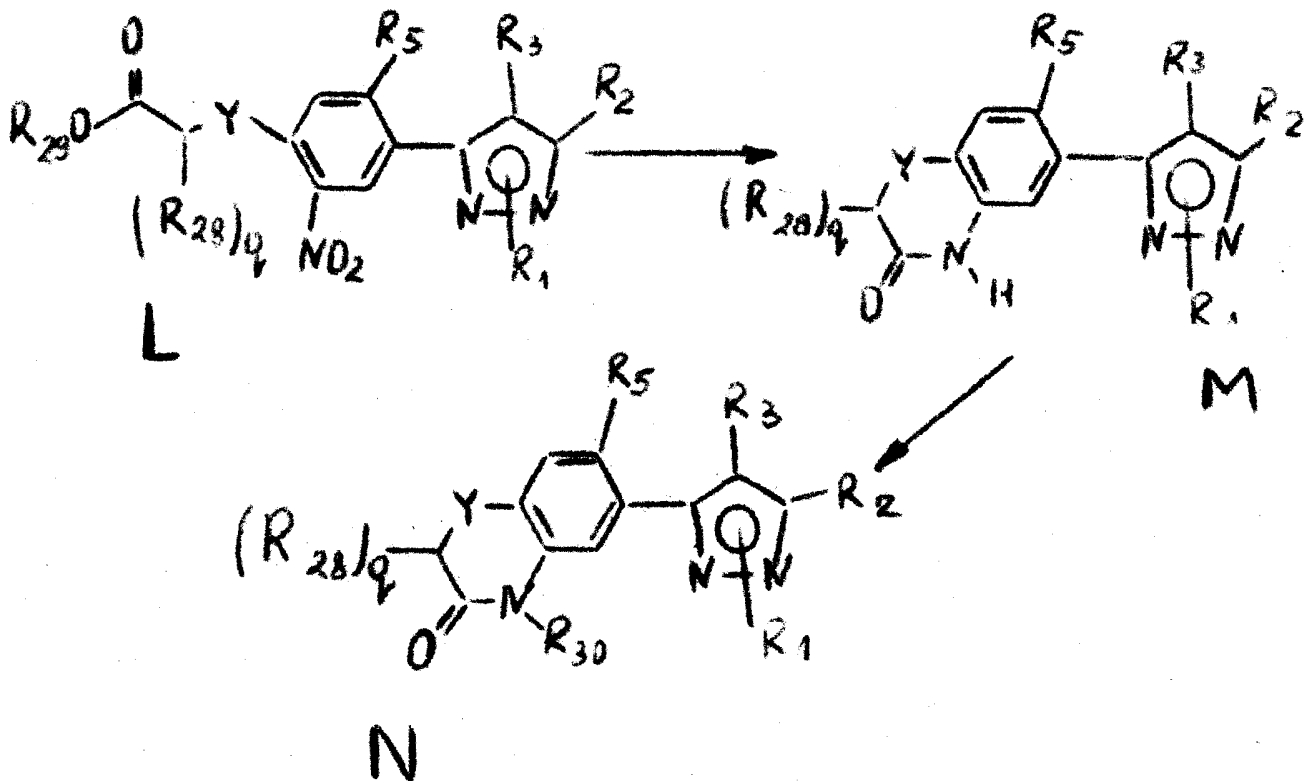
Киселинният халид, след взаимодействие с алкохол или амин, дава съединение с формула К. Реакцията може да протече в отсъствие на разтворител или в присъствие на инертен разтворител, или на смес от разтворители, включително двуфазни смеси / такива като, вода и метиленхлорид или друг органичен разтворител/. С цел да се подпомогне протичането на реакцията, могат да се добавят: основа, като триетиламин, пиридин, алкалометален хидроксид и/или каталитично количество от фазово-преносим катализатор, такъв като бензилтриалкиламониев халид или друга амониева сол. Реакционната температура е в границите от -20°C до температурата на кипене на използвания разтворител. Реакционното времетраене е в интервала от няколко минути до 48 часа, в зависимост от количествата на използваните реагенти и реакционната температура. След приключване на реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът е

пречиства, като се прилагат стандартните методи, като екстракция, кристализация, коломна хроматография и др.

Съединенията, необходими като изходни вещества за методи IX до XI, включително, се получават като се използват горните методи от II до VIII.

МЕТОД IX

По този метод, както е описано по-долу, се получават съединения с формула N от съединения с формула L /съединения с формула II, в които R_6 е YCH_2 / R_{28} / $COOR_{29}$, R_7 е нитро група, Y е както е определен преди това, q е цяло число от 0 до 2 и радикалите R_{28-30} имат значенията, определени за радикалите R_4 /.



A. В първия етап на този двуетапен метод съединения с формула L се превръщат в съединения с формула M чрез редуциране на нитро групата до amino група и следващо изиливиране. Чрез подбиране на реакционните условия, може да се получи или нацикличен амин /формула I, съединения, в които нитро групата е заместена с amino група/, или цикличен продукт. Обикновено, реакционните условия се набират така, че

се получи направо цикличен продукт. Алтернативно, може да се изолира нецикличен амин по стандартните методи, които след циклизиране да даде съединения с формула I в отделен етап, като се приложат стандартни условия. Подходящи редуктори в кисела среда са метали, като желязо, цинк или маган, като изброените метали не ограничават избора на редуктор. Реакционният разтворител може да бъде органична или неорганична киселина, като оцетна или солна киселина и може да се използва под формата на концентриран киселинен разтвор или на разреден воден разтвор. Реакционната температура е в границите от 0 до 200°C, за предпочитане от 10 до 120°C. Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др.

След като завърши реакцията, продуктът се отделя чрез разреждане на реакционната смес с вода и се изолира посредством кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартните методи.

Алтернативно, съединения с формула I могат да се редуктират чрез каталитично хидриране. То може да се проведе при атмосферно или при повишено налягане, като се използват катализатори като Раней никел, паладий-въглерод, паладиево черно, паладий върху подходящ носител, паладиев оксид, платана, платиново черно и др. Като разтворител може да се използва всеки инертен разтворител, който не забавя /затруднява/ чувствително реакцията, включително, алкохоли, етери и др. Чрез подборане на реакционните условия може да се получи нецикличен амин / съединения с формула I , в които нитро групата е заместена с амино група/ или цикличен продукт. Обикновено, реакционните условия се подбират така, че да се получи директно цикличен продукт. Алтернативно, нецикличният амин може да се изолира по стандартни методи и след циклизиране да даде съединения с формула I , в отделен етап, като се приложат стандартни условия. След приключване на реакцията, продук

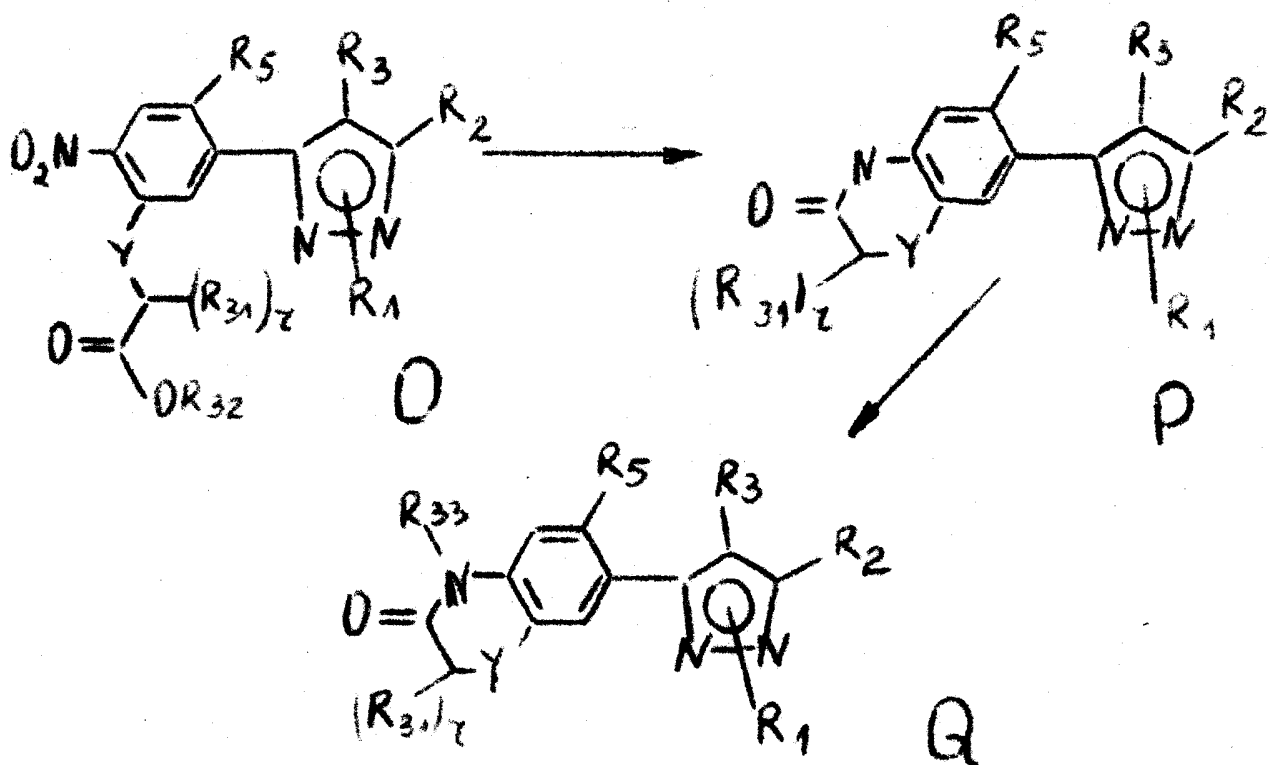
тът се изолира чрез филтруване и концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи, като екстракция, кристализация, колона хроматография и др.

Б. В този етап продуктът от етап А се превръща в съединения с формула М. Получаването на дефинираните по-горе продукти се осъществява чрез взаимодействие на съединения с формула М с алкилиращ агент, като алкилхалид или алкилсулфонат, например, метил iodид, алилбромид, пропаргилбромид, метилфенилсулфонат и др. или с ацилиращ агент. Реакцията може да се проведе в подходящ разтворител или смес от разтворители, с или без катализатор, в присъствие или в отсъствие на основа. Предпочитани разтворители са: диметилсулфоксид, ацетон, диметилформамид, диоксан и др. или смеси от разтворители, включително двуфазни смеси /такива, като вода и метиленхлорид или друг органичен разтворител/. В случай, че се използват две несмесваеми течни фази, благоприятно е да се прибави фазово-преносим катализатор, като бензилтриалкиламониев халид или друга амониева сол. Основата може да бъде органична /като триалкиламин или друг органичен амин/ или неорганична, като калиев или натриев карбонат или хидроксид. Реакционната температура е в граници от 0°C до 200°C, за предпочитане от 10 до 120°C. Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства, като се прилагат стандартни методи, като екстракция, кристализация, колона хроматография и др.

Метод X

По този метод се получават съединения с формула Q, в които R₃₃ е различно от водород, от съединения с формула O /съединения с фор-

мула II, в които R_6 е нитро група, R_7 е $U\text{CH}_{2-\gamma}/R_{31}/\text{COOR}_{32}$. U има дадените вече значения, γ е цяло число от 0 до 2 и радикалите R_{31-33} са със значенията, дадени за R_4 радикалите.



A. В първия етап на този двуетапен метод съединения с формула O се превръщат в съединения с формула P чрез редуциране на нитро групата до амино група и следващо циклизиране. Чрез подбиране на реакционните условия може да се получи или нецикличесен амин / съединения с формула O, в които нитро групата е заместена с амино група/, или циклическият продукт. Обикновено, реакционните условия се подбират така, че да се получи директно циклическият продукт. Алтернативно, нециклическият амин може да се изолира по стандартни методи и да се циклизира, като се получават съединения с формула P в отделен етап при прилагане на стандартни условия. Подходящи редуктори в кисела среда са метали, като желязо, цинк или ванадий. Реакционният разтворител може да бъде органична или неорганична киселина, като оцетна или солна киселина и се използват концентрирани киселинни разтвори или разредени водни разтвори. Реакционни

та температура е от 0°C до 200°C, за предпочитане от 10 до 120°C. Реакционното времетраене е в интервала от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се отделя чрез разреждане на реакционната смес с вода и се изолира посредством кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи.

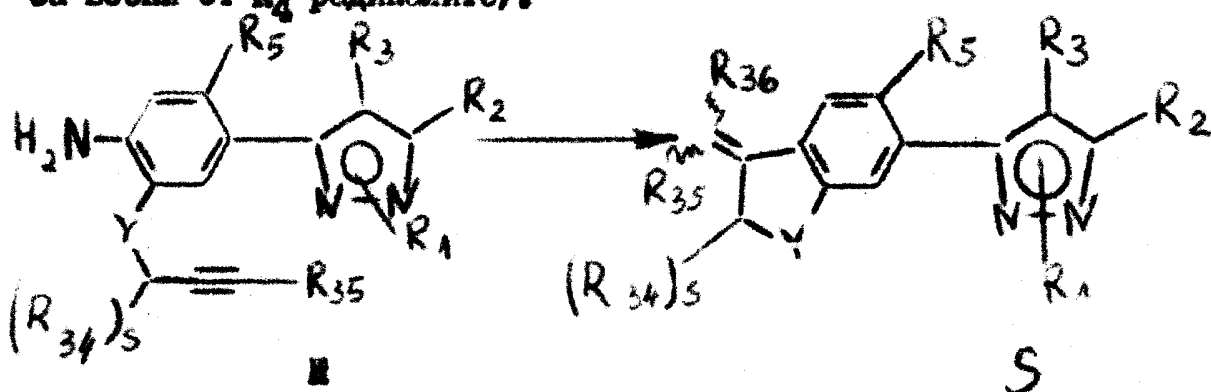
Алтернативно, съединения с формула O се редуцират чрез каталитично хидриране. За каталитичното хидриране, което може да се преведе при нормално или при повишено налягане, са подходящи катализатори като Ранев никел, паладий-въглерод, паладиево черно, паладий върху подходящ носител, паладиев оксид, платина, платиново-сочерно и др. Разтворител може да бъде всеки инертен разтворител, който не затруднява чувствително реакцията, включително алкохоли, етери и др. Чрез подбор на реакционните условия може да се получи нецикличен амин /съединения с формула O, в които нитро групата е заместена с амини група/ или цикличен продукт. Обикновено, реакционните условия се подбират така, че да се получи директно цикличният продукт. Алтернативно, нецикличният амин може да се изолира по стандартни методи и да се циклизира, като се получават съединения с формула P в отделен етап при прилагане на стандартни условия. След като приключи реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства, като се прилагат стандартни методи като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

Б. В този етап продуктът от етап А се превръща в съединения с формула Q, в които R₃₃ е различно от водород. Получаването на гореопределените продукти се осъществява чрез взаимодействие на съединения с формула P с алкилиращ агент, като алкилхалид или алкилсулфонат, като например, метилхалид, алилбромид, пропаргилбромид, метилфенилсулфонат и др., или с ацилиращ агент. Реакцията се провежда в под-

ходящ разтворител или в смес от разтворители, с или без катализатор, в присъствие или в отсъствие на основа. Предпочитани разтворители са диметилсулфоксид, ацетон, диметилформамид, диоксан и др. Основата може да бъде органична /като триалкиламин или друг органичен амин/ или неорганична, като калиев или натриев карбонат или хидроксид. Реакционната температура е от 0 до 200°C, за предпочитане от 10 до 120°C. Продължителността на реакцията е в интервала от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства, като се прилагат стандартни методи, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

МЕТОД XI

Този метод е за получаване на съединения с формула S от съединения с формула R /съединения с формула II, в които R₆ е аминна група, R₇ е групата $YC/R_{34}/COR_{35}$. Y е както е определен по-горе, s е цяло число от 0 до 2 и радикалите R₃₄₋₃₆ имат значенията, определени за всеки от R₄ радикалите/.

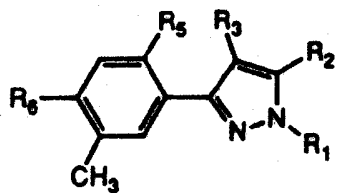


Подходящи изходни съединения за получаване на съединенията с формула S са съединенията с формула R. В реакцията може да се използва всеки подходящ разтворител, въпреки че безводните разтворители, като безводен ацетонитрил, са за предпочитане. Разтвор или суспензия на съединение с формула R взаимодейства с медни соли, включително купрохалиди, куприхалиди, смеси от тях или други медни соли и техни

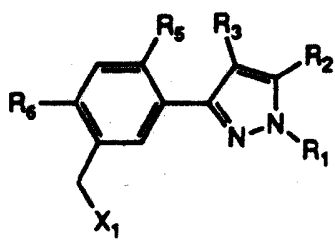
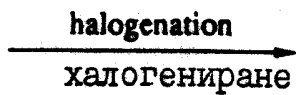
смеси и с алкилнитрит или органичен нитрит, като трет.-бутилнитрит. Реакционната температура е от 0 до 200°C, за предпочитане от 10 до 100°C. Реакционното време е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количеството на реагентите, реакционната температура и др. След приключване на реакцията продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

МЕТОД XII

По този метод се получават съединения с формули U, V, VI, X, Y или /съединения с формула II, в които R₇ означава алкил, заместен алкил, халогеналкил, карбоксалдехид, карбоксилска киселина или проиодно на карбоксилска киселина, такова като по-рано определените CX₂Y₂ или CX₂Y₃/ от съединения с формула T. Радикалите R₃₇ и R₃₈ имат по-рано определените значения за R₄ радикалите, а X₁ и X₂ са халоген. Следва реакционната схема, по която се осъществява методът.

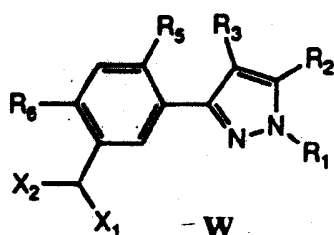


T

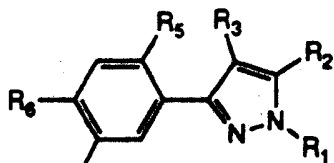


U

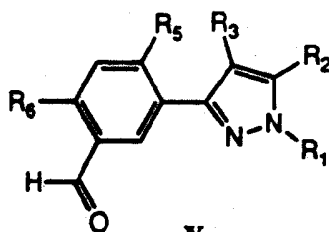
+



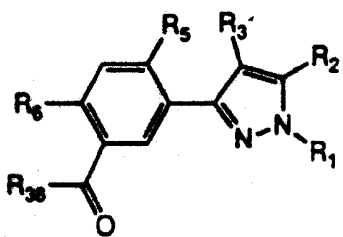
W



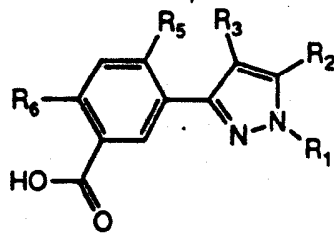
V



X



Z



Y

В първия етап на този метод съединения с формула T се преработват или в съединения с формули U или VV, или в смес от тези продукти. В тази реакция може да се използва всеки инертен разтворител, който не затруднява чувствително по-нататъшното протичане на процеса. Такива разтворители могат да бъдат, без изброяването да ограничава избора им, органични или неорганични киселини, въглеводороди, халогенирани въглеводороди, ароматни въглеводороди, етери, сулfoxиди или сулфони. Подходящи халогенирани агенти за реакцията са: бром, хлор, N-бромсукцинимид, N-хлорсукцинимид, сулфурилхлорид и др. Заедно с някои халогениращи агенти се предпочитат използването и на катализатор, като органичен прекурс или светлина. Количеството на халогениращия агент е в границите от под един мол до излишък. Реакционната температура е от -78°C до 200°C , за предпочитане от 10°C до 120°C . Реакционното време трае от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът или продуктите се изолират чрез разреждане на реакционната смес с вода и следваща кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът/ите/ се пречиства/т/ по стандартни методи.

Съединения с формула U могат да се превърнат в съединения с формула V чрез заместване на халогенния радикал X_1 с подходящ нуклеофил. Получаването на продукти с формула V се осъществява чрез взаимодействие на съединения с формула U с алкохолат, тиоалкохолат, цианид, амин, алкилов или арилов анион и др. или с алкохол, меркаптан амин и др., в присъствие на основа, в подходящ разтворител или смес от разтворители. Предпочитани разтворители са: диметилсулfoxид, ацетон, диметилформамид, диоксан, вода и др. или смес от разтворители, включително двучастни смеси /такива като, вода и метиленхлорид ^{или} други органични разтворители/. Основата може да бъде органична /като, триалкиламин или друг органичен амин/ или неорганична /алкален карбонат, като

калийев или натриев карбонат, или алкалометален хидроксид, като натриев хидроксид/. В случай, че се използват две несмесваеми течни фази, е благоприятно добавянето на фазово преносим катализатор, като бензил триалкиламониев халид или друга амониева сол/. Реакционната температура е от -78°C до 200°C , за предпочитане от 10° до 120°C . Реакционното време е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства, като се прилагат стандартни методи за целта, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

Съединения с формула X могат да се получат чрез киселинна хидролиза на съединения с формула VV. За да се предизвика киселинна хидролиза, съединенията с формула VV се третират с излишък от минерална киселина, като сярна или сярна, като се предпочита излишъкът от сярна киселина. Реакционната температура е в границите от 0°C до температурата на кипене на инертния разтворител, за предпочитане от 10 до 100°C . Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и т.н. След като завърши реакцията, продуктът или продуктите се отделят чрез разреждане на реакционната смес с вода и се изолира/т/ чрез кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът/ите/ се пречиства/т/ по стандартни методи.

Съединения с формула Y се получават чрез окисление на съединения с формула X. В тази реакция се използва всеки подходящ инертен разтворител, включително, въглеводороди, ароматни въглеводороди пиридин и негови производни, вода и др. Използваните окислителни са калиев перманганат или калиев бихромат, като не се изключват и други. Реакционната температура е в границите от -50°C до температурата на кипене на инертния разтворител, за предпочитане от 10 до 100°C . Продължи-

тектността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът или продуктите се отделят чрез разреждане на реакционната смес с вода и се изолира/т/ посредством кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът/ите/ се пречиства/т/ по стандартни методи.

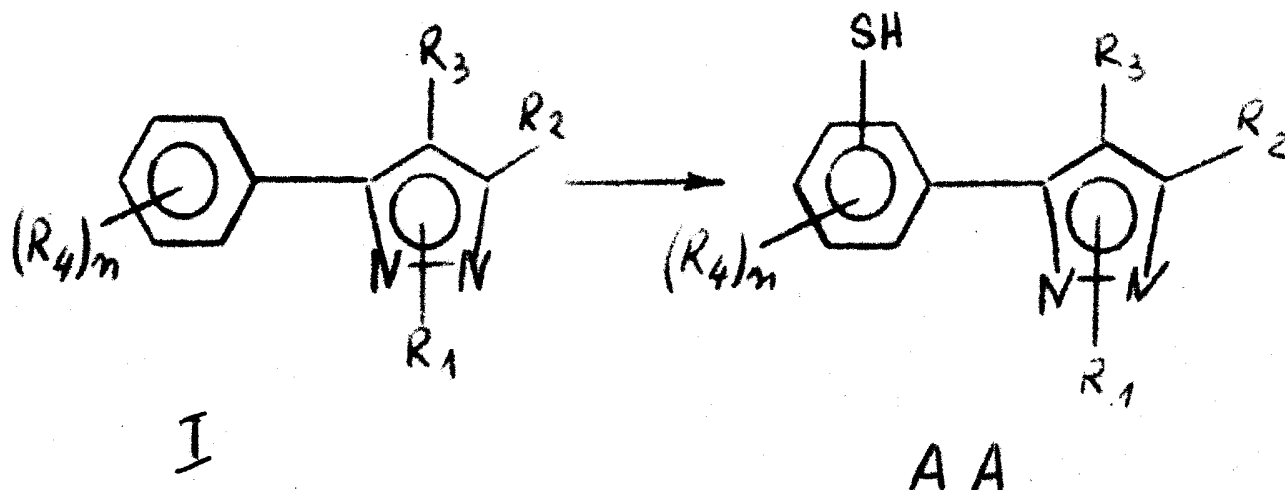
Последният етап на този метод включва превръщане на съединения с формула У в съединения с формула Z по които и да е от многото стандартни начини за получаване на производни на карбоксилкови киселини. Това е етап на естерификация или реакция за получаване на амид. Процесът може да се осъществи директно, като се излиза от съединения с формула У или като се премине през алкалностапна сол на съединение с формула У. Естерификацията се провежда, като се използва и лигък от алкохола, съответстващ на желания естер, в присъствието на минерална киселина /например, сярна киселина/. Амидните производни се получават чрез взаимодействие на съединение с формула У с желания амин, в присъствие или в отсъствие на подходящ разтворител. Процесите на естерификация или образуване на амид протичат, съответно, в присъствие на инертен разтворител и дбезводняващ агент.

Алтернативно, съединения с формула У могат да се превърнат в киселинни халиди или анхидриди, след което да взаимодействат с алкохол или с амин. Получаването на киселинен халид се провежда в присъствието на халогениращ агент, като тионилхлорид, фосфорен пентахлорид, оксални хлорид и др., с или без инертен разтворител. Може да се използва всеки инертен разтворител, които не затруднява реакцията. За промотиране на реакцията може да се добави каталитично количество от аминова база, като триетиламин, пиридин или диметилформамид или др. подобни. Реакционната температура е в границите от -20°C до температурата на кипене на използвания разтворител. Продължителността на реакцията е от няколко минути до 48 часа, в зависимост от количествата и

използваните реагенти и реакционната температура. След приключване на реакцията се отделят излишъкът от халогениращия агент и този от разтворителя/ите/ от реакционния продукт чрез изпарение или дестилация. Киселинният халид взаимодейства с алкохол или амин, като дава съединение с формула Z. Реакцията протича в отсъствие на разтворител, в присъствието на инертен разтворител или на смес от разтворители, включително двуфазни смеси /такива като вода и метилхлорид или друг органичен разтворител/. За да се подпомогне /пронетра/ реакцията се добавят база, като триетиламин, пиридин, алкален метал и/или каталитично количество от фазово преносим катализатор, като бензилтриалкиламониум халид или друга амониева сол. Реакционната температура е от -20°C до температурата на кипене на използвания разтворител. Продължителността на реакцията е от няколко минути до 48 часа, в зависимост от количествата на използваните реагенти и реакционната температура. След като завърши реакцията, продуктът се изолира чрез филтруване и/или концентриране на реакционната смес. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи, като екстракция, кристализация, колонна хроматография и др.

МЕТОД XIII

По този метод се получават съединения с формула I, в които един от остатъците R_4 е тиолова група /формула AA/, като се излизат от съединения с формула I.



Желаните съединения се получават като се минава през междинни халосулфонилни производни, които се редуцират до съединения с формула AA. В реакцията може да се използва всеки разтворител, който не пречи на реакцията, като халогенирани въглеводороди, етери, алкилнитрати, минерални киселини и др. За получаването на междинните хлоросулфонилни съединения се предпочита използването на излишък от хлоросулфонова киселина като реагент и разтворител, едновременно. Реакционната температура е от 25°C до температурата на кипене на използвания разтворител. Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът или продуктите се изолира/т/ чрез разреждане на реакционната смес с вода и следваща кристализация или селективна екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът/ите/ се пречиства/т/ по стандартни методи.

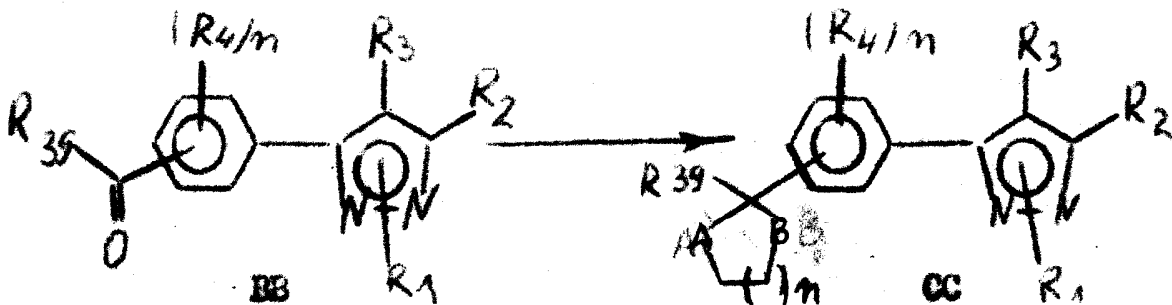
Редукцията на халосулфонилните междинни съединения се пръжда в органична или неорганична киселина, като оцетна или солна киселина, или смеси от тези киселини, в органични разтворители. Подходящи редуктори за киселата среда са метали, като желязо, цинк или калай като изборът може да бъде и друг. Реакционната температура е от 0 до 150°C, за предпочитане от 10 до 120°C. Продължителността на реакцията варира от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др.

След приключване на реакцията, продуктът се изолира чрез разреждане на реакционната смес с вода и следваща кристализация или екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи.

МЕТОД XIV

Методът се отнася до получаване на съединения с формула I в които един от R₄ остатъците е цикличен/тио/кетал или /тио/ацетал

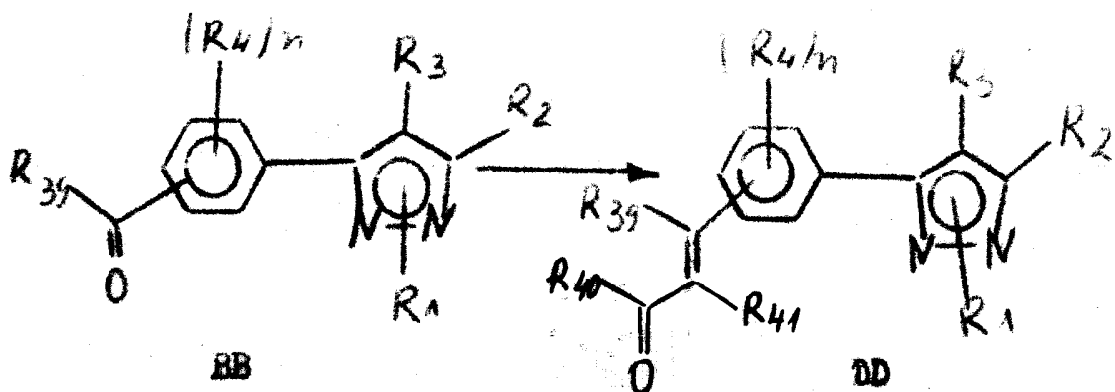
/формула СС/, като се извършва от съединения с формула ВВ.



R_{39} е водороден атом или има значенията, определени за R_4 . A и B означават независимо един от друг O или S и n е цяло число от 1 до 2. Съгласно този метод, желаните съединения с формула СС се получават от съединения с формула ВВ чрез превръщане на карбонилната група в циклически /тио/ацетал или в /тио/кетал. Алдехидната или кето групата в съединение с формула ВВ взаимодейства с диол, дитиол или хидрокситиол. Може да се използва всеки разтворител, който не пречи на протичането на реакцията, като например, халогенирани въглеводороди, ароматни въглеводороди, етери, алкилнитрили, минерални киселини и др. Алтернативно, реакцията протича и в отсъствие на разтворител. Обикновено, реакцията се провежда в присъствието на киселина, като минерална, органична или друга. Реакционната температура е от 25°C до температурата на кипене на използвания разтворител. Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След като завърши реакцията, продуктът или продуктите се изолират/чрез концентриране на реакционната смес и се пречиства/т/ по стандартни методи, като кристализация или екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът се пречиства по стандартни методи.

МЕТОД III

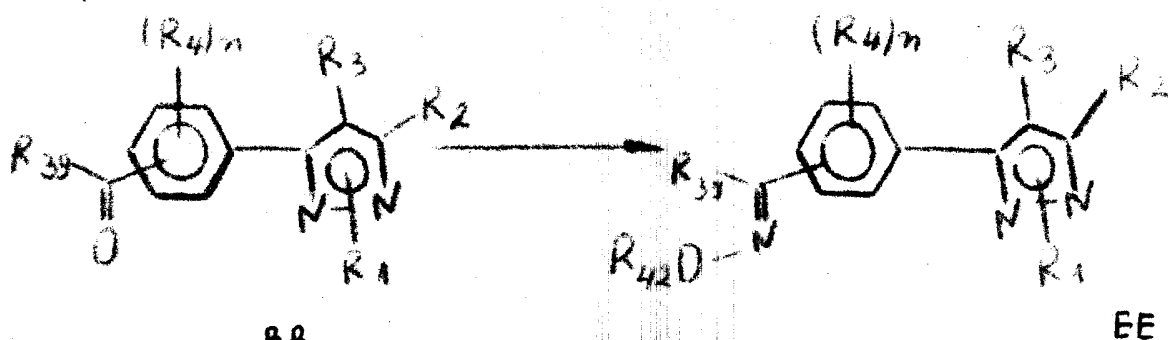
Съгласно този метод се получават съединения с формула DD а като изходни съединения се използват тези, с формула ВВ.



R_{39-41} означават водород или имат предварително дадените значения за R_4 . Съединения с формула D) се получават чрез превръщане на алдехидната или кето групата в съединения с формула BB в алкенова група. Превръщането се осъществява чрез взаимодействие на съединение с формула BB с Витигов реагент, като алкилиденфосфоран, илиди, получени от фосфониеви соли или фосфонатни естери, алкилиденсулфурани и др. Подходящи разтворители са: ароматни въглеводороди, алкохоли, алкани, етери, халогенирани въглеводороди и др., без изброените да ограничават избора. Реакционната температура е от -50°C до температурата на кипене на използвания разтворител. Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици, в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След приключване на реакцията продуктът или продуктите се концентрира/т/ изолира/т/ чрез концентриране на реакционната смес и се пречиства/т/ по стандартни методи, като кристализация или екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът или продуктите се пречистват допълнително.

МЕТОД XVI

Това е метод, по който се получават съединения с формула EE от изходни съединения с формула BB.



R_{30} и R_{42} имат вече дадените значения за R_4 . В този етап на процеса, съединения с формула EE , в които единият от фениловите радикали е заместен с оксим /или като заместител оксим/, се получават от съединени с формула BB . Алдехидната или кето групата в съединение с формула BB може да се превърне в оксим по един от двата метода. Изходният алдехид или кетон с формула BB взаимодейства с O -заместен оксим, като се получава оксим с формула EE . От това съединение, по-нататък, се получават производни по стандартни методи, известни на специалистите. Примери за такива синтеси включват /без това да ограничава вариантите им/ взаимодействие на алдехида или кетона с /аминокси/ оцетна киселина и друга β -аминокси/карбоксилска киселина и следващо превръщане на получената карбоксилска киселина в което и да е от различните производни на киселината, като амиди, естери, тиеестери и др. Алтернативно, оксимът може да се получи чрез взаимодействие на съединения с формула BB с хидроксиламин или с негови соли. Полученият оксим може да се алкилира с помощта на алкилиращ агент, като алкилхалид, алкилсулфонат и др., при което се получават производни. Подходящи разтворители за горните реакции са: ароматни въглеводороди, алкани, етери, алкохоли, халогенирани въглеводороди и др., без изборните да ограничават избора. Реакционната температура е в границите от $-50^{\circ}C$ до температурата на кипене на използвания разтворител. Реакцията може да протече в присъствие или в отсъствие на основа. В случаите, в които се използва основа, то тя може да бъде натриев ацетат, алкалометален карбонат, като натриев карбонат или алкалометален хидроксид, като натриева основа. Продължителността на реакцията е от няколко минути до няколко седмици в зависимост от количествата на реагентите, реакционната температура и др. След завършване на реакцията, продуктът или продуктите се изолират/т/ чрез концентриране на реакционната смес и продуктът/ите/ се почиства/т/ посредством кристализация или екстракция с разтворител. Ако е необходимо, продуктът или продуктите се почиства/т/ по-нататък, или

се прилагат стандартни методи.

В следващите примери, от 1 до 42, се описват конкретни изпълнения на синтеза на представителни съединения, съгласно изобретението

Примери от 1 до 4 илюстрират конкретното изпълнение на метод I.

Пример 1

Получаване на 3-/2,5-дифлуоренил/-1-метил-5-/трифлуорометил/-1H-пиразол /съединение № 40/ и на 5-/2,5-дифлуоренил/-1-метил-3-/трифлуорометил/-1H-пиразол /съединение № 20/

A. 28.5 г 2,5-дифлуорацетоненон и 2.6 г етилтрифлуорацетат се разбъркват в 400 мл безводен етер и се охлаждат на ледена баня. Прибавят се 40 мл от 2.5 тегл.%-ен натриев метилат в метанол в продължение на 5 мин. След като се разбърква 1 час при стайна температура, реакционната смес се екстрахира с вода, която се подкиселява и екстрахира с метиленхлорид, като се получават 42 г 1-/2,5-дифлуоренил/-3-/трифлуорометил/-пропан-1,3-дион.

B. 34.5 г 1-/2,5-дифлуоренил/-3-/трифлуорометил/-пропан-1,3-дион се разтварят в 250 мл оцетна киселина и бавно се прибавят 9.5 мл метилхидразин. Сместа се нагрява при 100°C в продължение на 5 минути, след което се охлажда и разрежда с етер. Вторият разтвор се промива с вода и с разтвор на калиев карбонат, суши се с магнезиев сулфат, филтрува се и се концентрира. Остатъкът се хроматографира, като се получават 9.5 г 3-/2,5-дифлуоренил/-1-метил-5-/трифлуорометил/-1H-пиразол.

Изчислено за $C_{11}H_7N_2F_5$: C-50.39%, H-2.69%, N-10.68%

Намерено: C-50.48%, H-2.72%, N-10.64%

Получават се и 21.11 г 5-/2,5-дифлуоренил/-1-метил-3-/трифлуорометил/-1H-пиразол /т.т. 38-39°C/

Изчислено за $C_{11}H_7N_2F_5$: C-50.39%; H-2.69%; N-10.69%.

Намерено: C-50.63%; H-2.65%; N-10.40%.

Пример 2

Получаване на 5-/2,4-дифлуоренил/-3-/трифлуоретил/-1H-пирозол /съединение № 6/

А. 40 мл /0.405 мола/ етилтрифлуороацетат се прибавят към разтвор на 40.0 г /0.256 мола/ 2*4-дифлуороацетофенон /търговски продукт/ в 40 мл диетилетер при температура 0°C. Прибавят се 80 мл 25%-на 7теп натриев метилат в метанол /0.37 мола/, при температура 5°C, в продължение на 15 мин. Реакционната смес се разбърква една нощ при 25°C.

Сместа се залива в 300 мл ледена вода и се прибавят 21.3 мл /0.37 мола/ оцетна киселина. Органичният слой се промива двукратно с вода, суши се над безводен магнезиев сулфат и се концентрира под вакуум, като се получават 62.85 г /97%/ 4-/2,4-дифлуоренил/-1,1,1-трифлуор-4-хидрокси-3-бутен-2-он, под формата на млято масло; $^1H-NMR /CDCl_3/ ppm$: 6.61 /s, 1H/, 6.87 /m, 1H/, 6.97 /m, 1H/, 7.97 /m, 1H/.

Изчислено за $C_{10}H_5F_5O_2$: C-47.64%; H-2.00.

Намерено: C-47.70%; H-1.96.

Б. 15.0 г /0.06 мола/ от продукта от етап А се разтварят в 50 мл ледена оцетна киселина и се третираат с 2 мл /0.064 мола/ безводен хидразин, който се прибавя в продължение на 5 минути. Реакционната смес се загрява до 95°C за 30 минути, след което се охлажда и излива в 300 мл ледена вода. Суспензията се филтрува и утайката се промива с вода, суши се на въздух, след което се получават 13.86 г /94%/ 5-/2,4-дифлуоренил/-3-/трифлуоретил/-1H-пирозол, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 157-158°C.

Изчислено за $C_{10}H_5F_5N_2$: C-48.40%; H-2.03%; N-11.29.

Намерено: C-48.38%; H-2.03%; N-11.32.

Пример 3

Получаване на 3-/2,4-дифлуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 42/ и 5-/2,4-дифлуорфенил/-1-метил-3-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 21/

Суспензия от 13.6 г /0.055 мола/ продукт от етап В, 7.7 г /0.056 мола/ калиев карбонат и 3.7 мл /0.06 мола/ метилолиф в 150 мл ацетон се разбърква в продължение на една нощ при температура 25°C. Разтворът се разрежда с 300 мл ледена вода и се екстрахира трикратно с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се върху безводен магнезиев сулфат и се концентрират под вакуум. Остатъкът се пречиства хроматографски, като се използва 5%-ен етилацетат в хексан, като елвент. Получават се 8.3 г /58%/ 3-/2,4-дифлуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 51°C.

Изчислено за $C_{11}H_7F_5N_2$: C-50.39%, H-2.69%, N-10.68%.

Намерено: C-50.36%, H-2.70%, N-10.70%.

Посредством горната хроматография се получава и втора фракция, която се събира, концентрира и остатъкът кристализира, като се получават 4.0 г /28%/ 5-/2,4-дифлуорфенил/-1-метил-3-/трифлуорметил/-1H-пиразол под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 37-38°C.

Изчислено за $C_{11}H_7F_5N_2$: C-50.39%, H-2.69%, N-10.68%.

Намерено: C-50.40%, H-2.67%, N-10.67%.

Пример 4

Получаване на 3-/2,5-дифлуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 40/

Разтвор на 8.5 г /34 ммола/ сух 5-/2,5-дифлуорфенил/-1H-3-/трифлуорметил/-1H-пиразол в 100 мл безводен толуол се нагрява до температурата на обратния хладник в апарат, снабден с уловител на Дийл-

Старк и се третира с 3.25 мл диметилсулфат. Сместа се нагрива с обратен хладник в продължение на 5 часа, оставя се да се охлади и се промива с 10% т/об. водна натриева основа. Органичната фаза се суши с магнезиев сулфат и се концентрира, като се получават 7.74 г /86.2%/ бистро, почти съцветно масло, $n_D^{25} 1.4925 /25^{\circ}\text{C}/$.

Изчислено за $\text{C}_{11}\text{H}_7\text{N}_2\text{P}_5$: C - 50.39%, H - 2.69%, N - 10.68%.

Намерено: C - 50.48%, H - 2.72%, N - 10.64%.

Следващите примери от 5 до 7 илюстрират конкретни изпитвания на метод II.

Пример 5

Получаване на 4-хлор-3-/2,5-дидуорденил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол /съединение № 361/

5.24 г /0.02 мола/ 3-/2,5-дидуорденил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол се разтварят в 40 мл ледена оцетна киселина при температура 25°C и се пропускат 2.1 г /0.03 мола/ хлорен газ да барботир в продължение на 1 час. Реакционната смес се разбърква 2 часа. Реакционният разтвор се налива в 200 мл ледена вода и се екстрахира с етил-ацетат. Органичният слой се промива с вода, е наситен разтвор на NaHCO_3 и с луга, суши се над безводен магнезиев сулфат и се подлага на вакуум-дестилация. Остатъкът се пречиства хроматографски, като се използват 3% етил-ацетат в хексан, като елюент, за да се получат 5.87 г /99%/ 4-хлор-3-/2,5-дидуорденил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол под формата на светложълто масло $n_D^{25} 1.4977 /25^{\circ}\text{C}/$.

Изчислено за $\text{C}_{11}\text{H}_6\text{Cl}_1\text{P}_5\text{N}_2$: C - 44.54%, H - 2.04%, N - 9.44%, Cl - 11.94% ^{11.9}

Намерено: C - 44.53%, H - 2.00%, N - 9.44%;

Cl - 11.94%.

Пример 6

Получаване на 4-хлор-3-/2,5-дидуор-4-нитроденил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол /съединение № 389/

Към 5.00 г 3-/2,5-дидуор-4-нитроденил/-1-метил-5-/трифлуор

метил/-1H-пиразол, разтворен в 50 мл оцетна киселина, се прибавят 15 мл сулфурилхлорид. Сместа се нагрива с обратен хладник, като на всеки 15 минути се прибавя на порции ^{от} 2 мл сулфурилхлорид. След 6 часа сместа се охлажда, след това се разрежда с вода и се екстрахира с етер. Етерните екстракти се промиват трикратно с вода, сушат се с безводен магнезиев сулфат, филтурват се и се концентрират. Остатъкът се хроматографира, като се получава количествен добив от 4-хлор-3-/2,5-дифлуор-4-метроксиенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол.

Изчислено за $C_{11}H_8N_2O_2Cl_1F_5$: C - 38.67%; H - 1.48%; N - 12.30%.

Намерено: C - 38.73%; H - 1.48%; N - 12.34%.

Пример 7

Получаване на 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-метоксиенил/-1-/1-метилетила/-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 489/

Към разтвор на 1.6 г 3-/4-хлор-2-флуор-5-метоксиенил/-1-/1-метилетила/-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол в 20 мл диметилформамид се прибавят 2.0 г N-хлорсулфиниламид. Разтворът се загрява до 80°C в продължение на 2 часа, оставя се да се охлади и се излива в ледена вода. Водната смес се екстрахира трикратно с метиленхлорид, събраните органични екстракти се промиват с вода, сушат се с магнезиев сулфат и се концентрират, при което дават сурово масло. Маслото се пречиства чрез хроматография и се дестилира без силно кипене, като се получават 1.54 грама 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-метоксиенил/-1-/1-метилетила/-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, под формата на жълто масло, $n_D^{24} 1.5192 /24^\circ C$.

Изчислено за $C_{14}H_{12}N_2O_1F_4Cl_1$: C-45.31%; H-3.26%; N-7.55%.

Намерено: C-45.19%; H-3.27%; N-7.94%.

Примери от 8 до 10 илюстрират конкретни изпълнения на метод III.

Пример 8

Получаване на 3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 388/

Към леденостуден разтвор на 50 мл димна азотна киселина /90% / се прибавят бавно 8.29 г 3-/2,5-дифлуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол. Сместа се оставя да се затопли до стайна температура и след това бавно се загрява до 52°C. Нагреването продължава 2.5 ч, следва охлаждане и сместа се излива върху лед. Получената смес се екстрахира с етер, промива се двукратно с вода, суши се с безводен магнезиев сулфат, филтрува се и разтворителят се отделя чрез концентриране в вакуум. Остатъкът се пречиства, като се прилага комбинирано хроматография и кристализация и се получават 5.63 г 3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, т.т. 80-81°C.

Изчислено за $C_{11}H_6N_3O_2F_5$: C-43.01%, H-1.97%, N-13.68%.

Намерено: C-42.99%, H-1.97%, N-13.68%.

Пример 9

Получаване на 4-бром-3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 396/

9.5 г /0.03 мола / 4-бром-3-/2,5-дифлуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол се прибавят бавно към 100 мл димна азотна киселина, при температура 15°C. Реакционният продукт се затопля до 28°C в продължение на 30 минути. Сместа се разбърква в продължение на 4 часа при 30°C, след което се излива върху 500 мл лед. Следва разбъркване 1 час и утайката се екстрахира трикратно с метиленхлорид. Метиленхлоридните екстракти се промиват с вода, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се концентрират в вакуум. Остатъкът се пречиства хроматографски, като се използват 10% етилацетат в хексан като елемент. Получават се 5.84 г /55% / 4-бром-3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, под формата на силно твърдо вещество, т.т. 45.5°C.

Изчислено за $C_{11}H_5BrF_5N_3O_2$: C-34.22%, H-1.31%, N-10.88%.

Намерено за $C_{11}H_5BrF_5N_3O_2$: C-34.25%, H-1.36%, N-10.76%.

Пример 10

Получаване на 4-хлор-3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 389/

Разтвор на 5.9 г 4-хлор-5-/2,5-дифлуорфенил/-1-метил-5-трифлуорметил/-1H-пиразол в 6 мл концентрирана сярна киселина се охлажда до 15°C и към него се прибавя на малки разтвори на 1.8 г 70%-тна азотна киселина в 2 мл концентрирана сярна киселина. Реакционната смес се разбърква в продължение на 5 часа при температура 30°C и се добавят допълнително 1.8 г 70%-тна азотна киселина. След разбъркване една нощ при стайна температура, сместа се излива в 250 мл ледена вода и се екстрахира с метиленхлорид. Метиленхлоридният екстракт се промива с наситен воден разтвор на натриев бикарбонат трикратно, след това два пъти с вода, суши се с магнезиев сулфат и се концентрира под вакуум. Полученото вещество се хроматографира върху силициев диоксид, като се използва 10%-ен етилacetат в хексан като елюент. Получават се 3.93 г /58%/ 4-хлор-3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-трифлуорметил/-1H-пиразол.

Изчислено за $C_{11}H_5N_3O_2Cl_1F_5$: C-38.67%, H-1.48%, N-12.30%.

Намерено: C-38.73%, H-1.48%, N-12.34%.

В примери от 11 до 15 се описват конкретни изпълнения на метод IV.

Пример 11

Получаване на 4-хлор-3-/2-флуор-5-метокси-4-нитрофенил/-1-метил-5-трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 390/

5.04 г 4-хлор-3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-трифлуорметил/-1H-пиразол се разтварят в безводен етер и разтворът се охлажда с ледена баня, след което се прибавят 3.7 мл от 25 тегл.%-ен натриев метилат в метанол. Ледената баня се отстранява и сместа се ра

бързва в продължение на 30 мин при стайна температура. Растворът се екстрахира 4 пъти с вода, суши се с безводен магнезиев сулфат, филтрува се и се концентрира. Остатъкът след хроматографиране дава 4.63 г 4-хлор-3-/2-флуор-5-метокси-4-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол, т.т. 115-116°C.

Изчислено за $C_{12}H_8N_3O_3Cl_1F_4$: C-40.75%, H-2.28%, N-11.68%.

Намерено: C-40.84%, H-2.24%, N-11.83%.

Пример 12

Получаване на 4-хлор-3-/2-флуор-4-метокси-5-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол /съединение № 387/

При температура 35°C, 13.7 г /0.04 мола/ 4-хлор-3-/2,4-дифлуор-5-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол, 5.5 г /0.04 мола/ калиев карбонат и 100 мл метанол се разбързват продължение на 1 час. Реакционната смес се охлажда, разрежда се със 100 мл студена вода и се екстрахира четири пъти с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се над безводен магнезиев сулфат, дестилират се с вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използва 25%-ен етилацетат в хексан като елюент и се получават 13.0 г /90%/ 4-хлор-3-/2-флуор-4-метокси-5-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 116°C.

Изчислено за $C_{12}H_8Cl_1F_4N_3O_3$: C-40.75%, H-2.28%, N-11.88%.

Намерено: C-40.74%, H-2.34%, N-11.90%.

Пример 13

Получаване на /5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол-3-ил/-4-флуор-2-нитрофенил/тио-оцетна киселина, нейн етилов естер /съединение № 393/

1.5 г /4.5 мола/ 4-хлор-3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол, 0.69 г /5.0 мола/ калиев карбо-

нат, 0.55 мл /5.0 мола/ етилхлоридоацетат и 0.05 г /0.5 мола/ C_2F_2 при 35°C . се суспендират в 15 мл 1-метил-2-пиролидинон. Реакционната смес се разбърква при 28°C в продължение на 24 часа. Сместа се охлажда, разрежда се със 100 мл студена вода и се екстрахира четири пъти с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се върху безводен магнезиев сулфат и се дестилират с вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използва 10% ~~ен~~ диетилетер и 15% метилхлорид в хексан като елвент. Получават се 0.86 г /43% /5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуор-2-нитрофенил/ тиоцетна киселина, невинят етилов естер, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 79°C .

Изчислено за $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{Cl}_1\text{F}_4\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_1$: C-40.76%, H-2.74%, N-9.51%,
S-7.6%.

Намерено: C-40.89%, H-2.69%, N-9.61%,
S-7.31%.

Пример 14

Получаване на 5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуор-N-метил-2-нитро-N-пропилбензоламин /съед. № 402
6.83 г /0.02 мола/ 4-хлор-3-/2,5-дифлуор-4-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, 4.1 г /0.03 мола/ калиев карбонат, 3.1 мл /0.03 мола/ N-метил-N-пропиламин и каталитично количество C_2F_2 се суспендират в 50 мл 1-метил-2-пиролидинон, при температура 25°C . Реакционната смес се разбърква при температура 35°C в продължение на 2 часа. Сместа се охлажда, разрежда се със 100 мл студена вода и се екстрахира четири пъти с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се отделят с вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използва 15% етилацетат в хексан като елвент, като се получават 6.8 г /86% /5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуор-N-метил-2-нитро-N-пропилбензоламин, под формата на оранжево масло, $n_D^{25} 1.1555$

Изчислено за $C_{15}H_{15}Cl_1F_4N_4O_2$ C-45.64%, H-3.83%, N-14.19%,
Намерено: C-45.52%, H-3.87%, N-14.32%

Пример 15

Получаване на /4-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол-3-ил-/5-флуор-2-нитрофенокси/оцетна киселина, немн бутилов естер /съединение № 498/

Разтвор на 3.4 г /0.01 мола/ 4-хлор-3-/2,4-дифлуор-5-нитрофенил-/1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол и 1.4 мл /0.011 мола/ бутилгликолат в 25 мл безводен тетраhydroуран се охлажда до температура $0^{\circ}C$ /замръзва се/. Като се поддържа температура под $5^{\circ}C$ се прибавят на порции 0.33г /0.011 мола/ $MnCl_2$. След като приключи прибавянето, реакционната смес се оставя да се затопи до $25^{\circ}C$. След 3 часа сместа внимателно се охлажда с вода и се екстрахира с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се концентрират с вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография с 20% етилацетат/хексани и се получават 3.25 г /72%/ /4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол-3-ил-/5-флуор-2-нитрофенокси/оцетна киселина, немн бутилов естер, под формата на светложълто твърдо вещество, т.т. $65^{\circ}C$.

Изчислено за $C_{17}H_{16}Cl_1F_4N_3O_5$ C-45.00%, H-3.55%, N-9.26%,
Намерено: C-44.97%, H-3.56%, N-9.29%

Примери от 16 до 19 илюстрират конкретни изпълнения на метод V.

Пример 16

Получаване на 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-метоксифенил-/1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол /съединение № 312/

Към разтвор на 4.05 г 4-хлор-3-/2-флуор-5-метокси-4-нитрофенил-/1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол в 50 мл оцетна киселина се прибавят 1.39 г /0.0249 мола/ железен прах. Реакционната смес се нагр

ва при температура, близка до тази на обратния хладник в продължение на 2 часа, обрасотва се с 1.39 г железен прах и се нагрява още един час при температура, близка до тази на обратния хладник. След охлаждане, концентриране и хроматография, се изолират 3.54 г 4-хлор-3-/4-амино-2-дифлуор-5-метоксибензил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол.

Б. 3.064 г 4-хлор-3-/4-амино-2-дифлуор-5-метоксибензил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол се разтварят в 50 мл безводен ацетонитрил и се прибавят 1.90 г безводен меден хлорид. След това се прибавят на кашки, в продължение на 10 минути, 1.93 мл трет.-бутиленитрит /техн., 90%, разтворени в 10 мл безводен ацетонитрил. Реакционната смес се разбърква допълнително 20 минути и след това се концентрира. Остатъкът се разтваря в етилацетат, екстрахира се трикратно с 10%-ен воден разтвор на солна киселина, суши се с безводен магнезиев сулфат, филтрува се, концентрира се и се хроматографира, при което се получават 2.10 г 4-хлор-3-/4-хлор-2-дифлуор-5-метоксибензил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, т.т. 70-71°C.

Изчислено за $C_{12}H_8N_2O_1Cl_1F_4$: C-42.01%, H-2.35%, N-8.16%.

Намерено: C-42.15%, H-2.34%, N-8.18%.

Пример 17

Получаване на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-дифлуор-N-метил-N-пропилбензоламин /съед. № 166/

А. Разтвор на 5.2 г /0.013 мола/ 5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-дифлуор-N-метил-2-нитро-N-пропилбензоламин в 100 мл оцетна киселина се загрява до 80°C под атмосфера от азот. Премахва се нагряването и азотната атмосфера и се прибавят 2.2 г /0.039 мола/ железен прах на 3 порции, в продължение на 5 минути. Разтворът се разбърква при 80°C в продължение на още 30 минути, охлажда се и се филтрува през CaI_2 . Филтратът се разрежда със 100 мл вода и се екстрахира трикратно с етилацетат. Етилацетатните екстра

кти се промиват с наситен разтвор на натриев бикарбонат, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се концентрират с вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използва 30% етилацетат в хексан като елемент и се получават 3.85 г /80% 5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол-3-ил-/4-флуор-N-метил-N-пропил-1,2-бензолдиамин под формата на светложълто масло, n_D^{25} 1.5352.

Изчислено за $C_{15}H_{17}Cl_1F_4N_4$: C-49.39%, H-4.70%, N-15.36%

Намерено: C-49.40%, H-4.64%, N-15.16%.

Б. Цялата апаратура се суши с шамък под азот. Разтвор на 3.35 г /9.2 ммола/ от продукта от етап А в 60 мл ацетонитрил взаимодейства с 0.9 г /9.2 ммола/ купрохлорид и 1.8 г /13.3 ммола/ куприхлорид, при температура 25°C. Прибавят се 2.2 мл /18.4 ммола/ 90%-ен третибутилнитрит в продължение на 5 мин. След 2 часа, при температура 28°C реакционната смес се отдестилира с вакуум. Остатъкът се разтваря в етилацетат и се промива трикратно с 10%-ен разтвор на солна киселина, два пъти с луга и се суши над безводен магнезиев сулфат, след което се концентрира при вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използва 20% етилацетат в хексан като елемент и се получават 2.45 г /70% 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол-3-ил-/4-флуор-N-метил-N-пропилбензоламин, под формата на бистро безцветно масло, n_D^{25} 1.5030.

Изчислено за $C_{15}H_{15}Cl_2F_4N_3$: C-46.89%, H-3.94%, N-10.94%

Намерено: C-46.84%, H-3.83%, N-10.93%

Пример 18

Получаване на 4-бром-3-/4-хлор-2-флуор-5-метоксибензил-/1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол /съединение № 313/

А. Разтвор на 3.16 г /7.9 ммола/ 4-бром-3-/2-флуор-5-метокси-4-нитробензил-/1-метил-5-/трифлуорметил-/1Н-пиразол в 59 мл оцетна киселина се нагрява до 80°C под азотна атмосфера. Нагряването и азотната атмосфера се отстраняват и се прибавят 1.76 г /31.6 ммола/ хеле-

вен прах на 3 порции в продължение на 5 мин. Растворът се разбърква при 80°C още 30 мин., охлажда се и се филтрува през CaCl_2 . Филтрат се разредя със 100 мл вода и се екстрахира трикратно с диетилен. Вторните екстракти се промиват с луга, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се концентрират под вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използват 40% етилацетат в хексан, като елuent. Получават се 2.4 г /83%/ 4-бром-1-метил-5-трифлуорметил-1H-пиразол-3-ил-5-флуор-2-метокси-бензоламин, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 85-86°C.

Изчислено за $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{Br}_1\text{F}_4\text{N}_3\text{O}_1$: C-39.15%, H-2.74%, N-11.41%.
Намерено: C-39.13%, H-2.74%, N-11.40%.

Б. Цялата апаратура се изсушава с пламък под азот. Раствор на 6.6 г /0.0179 мола/ от продукта от етап А в 100 мл ацетонитрил се охлажда до 5°C. При тази температура се прибавят 1.8 г /0.018 мола/ купрохлорид и 3.7 г /0.027 мола/ куприхлорид. В продължение на 15 мин. се прибавят 4.8 мл /0.036 мола/ 90%-ен трет.-бутилнитрит в 15 мл ацетонитрил. Реакционната смес се разбърква при 5°C в продължение на 15 мин, след което се затопя до 28°C. След 2 часа престой при температура 28°C, реакционната смес се отдестилира с вакуум. Остатъкът се разтваря в диетилен и се промива трикратно с 10%-ен разтвор на солна киселина, два пъти с луга и се суши над безводен магнезиев сулфат, след което се концентрира под вакуум. Остатъкът се пречиства хроматографски, като се използват 20% етилацетат в хексан като елuent и се получават 6.3 г /91%/ 4-бром-3-4-хлор-2-флуор-5-метокси-фенил-1-метил-5-трифлуорметил-1H-пиразол, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 85-86°C.

Изчислено за $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{Br}_1\text{Cl}_1\text{F}_4\text{N}_2\text{O}_1$: C-37.19%, H-2.08%, N-7.23%.
Намерено: C-37.23%, H-2.08%, N-7.24%.

Пример 19

Получаване на 4-хлор-3-5-хлор-2,4-дифлуоренил-1-ме-

тил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 354/

А. Разтвор на 3.4 г /0.01 мола/ 4-хлор-3-/2,4-дифлуор-5-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол в 50 мл оцетна киселина се загрява до 80°C под азотна атмосфера. Нагреването и азотната атмосфера се отстраняват и се прибавят 1.7 г /0.03 мола/ железен прах на 3 порции в продължение на 5 мин. Разтворът се разбърква при 80°C 30 мин., охлажда се и се филтрува през CeI_2Ce . Филтратът се разрежда със 100 мл вода и се екстрахира трикратно с етилацетат. Етилацетатни екстракти се промиват с наситен разтвор на натриев бикарбонат, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се концентрират под вакуум. Остатъкът се почиства хроматографски, като се използват 35% етилацетат и хексан като елент и се получават 2.46 г /79%/ 5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-2,4-дифлуорбензоламин, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 82°C.

Изчислено за $\text{C}_{11}\text{H}_7\text{Cl}_1\text{F}_5\text{N}_3$: C-42.40%, H-2.26%, N-13.48%.

Намерено: C-42.40%, H-2.26%, N-13.49%.

Б. Цялата апаратура се суши опламък под азот. Разтвор на 2.0 г /6.4 ммола/ от продукта от етап А в 50 мл ацетонитрил се третира с 0.63 г /6.4 ммола/ купрохлорид и 1.2 г /9.4 ммола/ куприхлорид, при температура 25°C. Прибавя се разтвор на 1.74 мл /5.0 ммола/ 90%-ен трет.-бутилнитрит в продължение на 5 мин. След като престои 4 ч при температура 28°C, реакционната смес се отдестилира с вакуум. Остатъкът се разтваря в етилацетат и се промива трикратно с 10%-ен разтвор на оцетна киселина, два пъти с луга и се суши над безводен магнезиев сулфат, след което се концентрира под вакуум. Остатъкът се почиства чрез хроматография, като се използват 10% етилацетат в хексан като елент. Получават се 1.63 г /78%/ 4-хлор-3-/5-хлор-2,4-дифлуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 50-51°C.

Изчислено за $\text{C}_{11}\text{H}_5\text{Cl}_2\text{F}_2\text{N}_2$: C-39.91%, H-1.52%, N-8.46%

Намерено за $C_{11}H_8Cl_2F_5N_3$: C-39.89%, H-1.52%, N-8.39%.

Примери 20 и 21 са конкретни изпитвания на метод VI.

Пример 20

Получаване на 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-хидроксибензил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 325/

1.39 г 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-метоксибензил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол се разтварят в 80 мл безводен метиленхлорид и разтворът се охлажда на баня сух лед/ацетон, след което се прибавят 14.88 мл борен трибромид. Сместа се оставя да се затопи до стабилна температура, след което се обработва с 0.28 мл борен трибромид, догълнително. Добавят се още 1.0 мл борен трибромид и сместа се разбърква в продължение на 6 часа при стабилна температура. След разбъркването се прибавят 30-50 мл ледено-студена вода и сместа отново се разбърква 10 минути. Органичната фаза се екстрахира с вода, суши се с безводен магнезиев сулфат, филтрува се и се концентрира, при което се получава 1.28 г 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-хидроксибензил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, т.т. 123.0-126.0°C.

Изчислено за $C_{11}H_8N_2O_1Cl_2F_4$: C-40.15%, H-1.84%, N-8.51%.

Намерено : C-40.08%, H-1.87%, N-8.48%.

Пример 21

Получаване на 4-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-5-флуор-2-нитрофенол /съединение № 429/

Разтвор на 1.4 г /4 ммола/ 4-хлор-3-/4-флуор-4-метокси-5-нитрофенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол в 20 мл метиленхлорид се охлажда до 0°C /замръзва се/. Към разтвора се прибавят бавно, в продължение на 10 мин, 5.0 мл 1M разтвор на NB_3 /4.9 ммола/ в метиленхлорид. Разтворът се разбърква една нощ при стабилна температура. Промива се два пъти с вода, суши се над безводен магнезиев сулфат и

и се концентрира под вакуум. Остатъкът се прекристализира от хексан, при което се получават 0.7 г /54% 4-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол-3-ил/-5-флуор-2-нитрофенол, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 89-90°C.

Изчислено за $C_{11}H_6Cl_1F_4N_3O_3$: C-38.90%, H-1.78%, N-12.37%.

Намерено: C-38.93%, H-1.78%, N-12.16%.

Примери от 22 до 24 илюстрират конкретни изпълнения на метод VII.

Пример 22

Получаване на 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилокси-фенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол /съединение № 261/

1.01 г 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-хидроксифенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол, 0.44 г безводен калиев карбонат и 0.5 мл пропаргилобромид /80 теж.% в толуол/ се разтварят в 20-30 мл безводен диметилформамид. Смесва се нагрява при 65°C в продължение на 90 мин. След охлаждане, сместа се разрежда с вода и се екстрахира трикратно с етер. Събраните етерни екстракти се екстрахират два пъти с вода, сушат се с безводен магнезиев сулфат, филтрат се, концентрират се и се хроматограhirат, като се получават 1.05 г 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилокси-фенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол, т.т. 89.5-91.0°C.

Изчислено за $C_{14}H_8N_2O_1Cl_2F_4$: C-45.80%, H-2.20%, N-7.63%.

Намерено: C-45.93%, H-2.21%, N-7.61%.

Пример 23

Получаване на /4-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол-3-ил/-5-флуор-2-нитрофенокси/оцетна киселина, ноли етилов етер /съединение № 336/

6.11 г /0.018 мола/ 4-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пирозол-3-ил/-5-флуор-2-нитрофенол, 2.5 г /0.019 мола/ калиев хл

бонат и 2.0 мл /0.019 мола/ бромацетат се суспендират в 100 мл ацетон при температура 25°C. Реакционната смес се разбърква при 40°C в продължение на 4 часа, след което се охлажда, разрежда се със 100 мл студена вода и се екстрахира 4 пъти с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се отdestилрат с вакуум. Остатъкът се прекристализира от метилцикличексан и се получават 7.5 г /99% / 2-хлор-5-хлор-1-метил-5-трифлуорметил-1H-пирозол-3-ил-4-флуорбензоил/оцетна киселина, нейн етилов естер под формата на светложълто твърдо вещество, т.т. 95-96°C.

Изчислено за $C_{15}H_{12}Cl_2F_4N_3O_3$: C-42.32%, H-2.84%, N-9.87%.

Намерено: C-42.30%, H-2.83%, N-9.85%.

Пример 24

Получаване на 2-хлор-5-хлор-1-метил-5-трифлуорметил-1H-пирозол-3-ил-4-флуорбензоил/оцетна киселина, нейн етилов естер /съединение № 290/

13.16 г /0.04 мола/ 4-хлор-3-хлор-2-флуор-5-хидроксибензил-1-метил-5-трифлуорметил-1H-пирозол, 6.1 г /0.044 мола/ калиев карбонат и 4.8 мл /0.044 мола/ етилов бромацетат се суспендират в 25 мл ацетон, при температура 25°C. Реакционната смес се разбърква при 25°C в продължение на 16 часа, след което се излива в 150 мл ледена вода, филтрува се, промива се с вода и се суши въздушно. Остатъкът се прекристализира от хексан, при което се получават 16.6 г /100% / етилов естер на 2-хлор-5-хлор-1-метил-5-трифлуорметил-1H-пирозол-3-ил-4-флуорбензоил/оцетна киселина, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 130-131°C.

Изчислено за $C_{15}H_{12}Cl_2F_4N_2O_3$: C-43.40%, H-2.91%, N-6.75%.

Намерено: C-43.54%, H-2.91%, N-6.77%.

Примери 25 и 26 илюстрират конкретни извънения на Метод VIII.

Пример 25

Получаване на 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил
1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/-N-метил-пропанамид /съединение 237

А. Към суспензия на 1.4 г етилов естер на 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/пропановата киселина, /3.3 ммола/, в 50 мл вода и 30 мл 1,4-диоксан се прибавят 1.3 мл /3.3 ммола/ 10%-ен разтвор на NaOH. След 30 мин, разтворът се охлажда и рН се корегира на 3 с концентрирана болна киселина. Реакционната смес се екстрахира с диметилов етер и етерният разтвор се промива с вода, суши се над безводен магнезиев сулфат и се концентрира под вакуум. Остатъкът се прекристализира от метилциклохексан, при което се получават 1.3 г /100% 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/пропанова киселина, т.т. 150-151°C.

Изчислено за $C_{14}H_{10}Cl_2F_3N_2O_3$ C-41.92%, H-2.51%, N-6.99%

Намерено: C-41.96%, H-2.48%, N-7.00%

Б. Към разтвор на 0.8 г /2.0 ммола/ от продукта от етап А в 100 мл метилхлорид се прибавят 0.5 мл /6.0 ммола/ оксалилхлорид в продължение на 5 мин, което предизвиква отделяне на газ. Когато се прекрати отделянето на газ, се прибавя една капка диметилформамид и разтворът се разбърква до окончателното прекратяване на отделянето на газ. Разтворът се отдестилтира до сухо с вакуум. Остатъкът се разтваря в 10 мл тетраhydroфуран и се прибавя към разтвор на 5 мл 40%-ен воден метиламин и 10 мл тетраhydroфуран, при температура 0°C, в продължение на 5 мин. Реакционната смес се разбърква 30 мин при стайна температура. Разтворът се разрежда със 100 мл студена вода и се екстрахира с етилацетат. Етилацетатният екстракт се промива с дуга, суши се над безводен магнезиев сулфат и се концентрира под вакуум. Твърдото вещество се прекристализира от метилциклохексан, при което се получават 0.83 г /99% 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/-N-метил-пропанамид, като бяло твърдо вещество

во, т.т. 134.5-135.5°C.

Изчислено за $C_{15}H_{13}Cl_2F_4N_3O_2$ C-43.50%, H-3.16%, N-10.16%.

Намерено: C-43.70%, H-3.16%, N-10.20%.

Пример 26

Получаване на 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/пропанова киселина, нейн 3-метилбутилов естер /съединение № 288/

Към разтвор на 1.9 г /5.0 ммола/ 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/пропанова киселина в 50 мл метиленхлорид се прибавят 1.3 мл /15.0 ммола/ оксалилхлорид в продължение на 5 мин, което предизвиква отделяне на газ. Когато се прустанови отделянето на газ се добавя една капка диметилформамид и разтворът се разбърква до окончателното прекратяване на газоотделянето. Разтворът се отдестилира до сухо в вакуум. Киселинният хлорид се разтваря в 40 мл 3-метил-1-бутанол и се нагрява до температура на обратния хладник в продължение на 1 час. Реакционната смес се охлажда, разрежда се със 100 мл студена вода и се екстрахира с етил-ацетат. Етилацетатният екстракт се промива с луга, суши се над безводен магнезиев сулфат и се концентрира под вакуум. Остатъкът се пречиства хроматографски, като се използват 25% етилацетат в хексан като еквивент, при което се получават 2.17 г /95%/ 3-метилбутилов естер на 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/-пропановата киселина, под формата на бяло твърдо вещество во, т.т. 128°C.

Изчислено за $C_{18}H_{18}Cl_2F_4N_2O_3$ C-47.28%, H-3.97%, N-6.13%.

Намерено: C-47.3%, H-3.95%, N-6.17%.

Пример 27

Получаване на 2H-1,4-бензоксавин-3/4H/-он, 5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-1H-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропинил/-2H-1,4-бензоксавин-3/4H/-он /съединение № 446/ по метод IX.

А. Разтвор на 4.5 г /0.0106 мола/ 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-7-флуор-2-нитрофенокси/оцетна киселина, неин етилов естер, в 75 мл оцетна киселина се загрява до 80°C под азотна атмосфера. Нагряването и азотната атмосфера се отстраняват и се прибавят 1.8 г /0.033 мола/ железен прах на 3 порции в продължение на 5 мин. Разтворът се разбърква при 80°C още 3 часа, след което се охлажда и се филтрува през Celite[®]. Филтратът се разрежда със 100 мл вода и се екстрахира 3 пъти с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с наситен разтвор на натриев бикарбонат, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се концентрират под вакуум. Остатъкът се пре-кристализира от метилциклохексан/етилацетат, при което се получават 2.95 г /80% 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-7-флуор-2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/-он, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 207°C.

Изчислено за $C_{13}H_8Cl_1F_4N_3O_2$: C-44.65%, H-2.31%, N-12.02%.

Намерено: C-44.66%, H-2.31%, N-11.97%.

Б. 3.0 г /8.6 ммола/ от продукта, получен в етап А, 1.22 г /6.0 ммола/ калиев карбонат и 0.79 мл /8.8 ммола/ 80%-ен пропার্гин-бромид се суспендират в 50 мл ацетон при 25°C. Тази суспензия се разбърква в продължение на 6 часа при температура 40°C, след което се охлажда, разрежда се със 100 мл студена вода и се екстрахира 4 пъти с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с дуга, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се дестилират с вакуум. Остатъкът се пре-кристализира от метилциклохексан, като се получават 2.97 г /89% 2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/-он, 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропили/-2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/-он, под формата на белево твърдо вещество, т.т. 14-143°C.

Изчислено за $C_{16}H_{10}Cl_1F_4N_3O_2$: C-49.57%, H-2.60%, N-10.84%.

Намерено: C-49.58%, H-2.62%, N-10.85%.

Пример 28

Получаване на 7-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-6-флуор-4-/2-пропила/-2H-1,4-бензоксавин-3/4H/-он /съединение № 479/ по метод X.

А. Разтвор на 2.3 г /5.4 ммола/ етилов естер на 7-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуор-2-нитрофенол/оцетната киселина в 50 мл оцетна киселина се загрява до 80°C под азотна атмосфера. Нагриването и азотната атмосфера се отстраняват и прибавят 0.9 г /16.2 ммола/ железен прах на 3 порции, в продължение на 5 мин. Разтворът се разбърква при 80°C 50 мин, след което се охлажда и се филтрува през $\text{CeI Fe}^{\text{II}}$. Филтратът се разрежда със 100 мл вода и се екстрахира трикратно с етилацетат. Етилацетатните екстракти се промиват с наситен разтвор на натриев бикарбонат, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се концентрират под вакуум. Остатъкът се прекристализира от метилциклохексан/етилацетат, при което се получават 0.96 г /50%/ 7-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-6-флуор-2H-1,4-бензоксавин-3/4H/-он, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 242°C.

Изчислено за $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{Cl}_1\text{F}_4\text{N}_3\text{O}_2$: C-44.65%; H-2.31%; N-12.02%.

Намерено: C-44.61%; H-2.27%; N-11.99%.

Б. 2.7 г /7.7 ммола/ от продукта, получен в етап А, 1.1 г /8.0 ммола/ калиев карбонат и 0.9 мл /8.0 ммола/ 80%-ен пропаргинбромид се суспендират в 25 мл диметилсулfoxид при 25°C. Сместа се разбърква при 45°C в продължение на 16 часа. Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се над безводен магнезиев сулфат и се дестилират с вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използва метиленхлорид като елвент, при което се получават 2.7 г /90%/ 7-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-6-флуор-4-/2-пропила/-2H-1,4-бензоксавин-3/4H/-он, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 184°C.

Изчислено за $C_{16}H_{10}Cl_2F_4N_3O_2$: C-49.57%; H-2.60%; N-10.84%.
Намерено: C-49.48%; H-2.56%; N-10.95%.

Пример 29

Получаване на цис- и транс-4-хлор-3-/3-/хлоретилен/-5-флуор-2,3-дихидро-6-бензофуранил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединения № 481 и 482/, като се прилага метод XI

Цялата апаратура се изсушава с пламък под азотна атмосфера. Разтвор на 2.0 г /5.75 мола/ 4-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-5-флуор-2-/2-пропилилокси/-бензоламин в 100 мл ацетонил рил се третира с 0.6 г /5.75 мола/ купрохлорид и 0.8 г /5.75 мола/ куприхлорид, при температура 25°C. Прибавят се 1.1 мл /8.6 мола/ 90% трет.-бутилнитрит в продължение на 5 мин. Реакционната смес престоива 6 часа при 28°C, след което се дестилира е вакуум. Остатъкът се разтваря в етилацетат и се промива трикратно с 10%-ен разтвор на солна киселина, два пъти с луга, след което се суши върху безводен магнезиев сулфат и се концентрира под вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се използват 20% етилацетат в хексан като елюент, и което се получават 0.73 г /35% цис-4-хлор-3-/3-/хлоретилен/-5-флуор-2,3-дихидро-6-бензофуранил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, по формата на олио твърдо вещество, т.т. 140.5-142.5°C.

Изчислено за $C_{14}H_8Cl_2F_4N_2O_1$: C-45.80%; H-2.20%; N-7.63%;
Cl-19.31%.
Намерено: C-45.64%; H-2.22%; N-7.60%;
Cl-19.29%.

Горесписаната хроматография дава втора фракция, следваща главния компонент. Фракцията се събира, отдестилира се и остатъкът се прекристализира от хексани, като се получават 0.68 г /32% добив/ три 4-хлор-3-/3-/хлоретилен/-5-флуор-2,3-дихидро-6-бензофуранил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, под формата на беливо твърдо вещество, т.т. 132-135°C.

Изчислено за $C_{14}H_8Cl_2F_4N_2O_1$: C-45.80%; H-2.20%; N-8.63%;
Cl-19.31%.

Намерено: C-45.71%; H-2.23%; N-7.63%;
Cl-19.28%.

Примери от 30 до 37 илюстрират конкретни изпълнения на
метод XII.

Пример 30

Получаване на 3-15-/бромметил/-4-хлор-2-флуорфенил-4-
хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 108/

Суспензия на 3-15-метил-4-хлор-2-флуорфенил-4-хлор-1-
метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /25 г, 76.4 ммола/ и N-бромсукцин-
имид /13.6 г, 76.4 ммола/ в 100 мл тетрачлорметан се третира с катали-
тично количество сонзослов прекис в облодънна колба от 500 мл, снабде-
на с магнитна бъркалка. Температурата се повишава до тази на обратния
хладник в продължение на 1 час, след което реакционната смес се охлажда
да до стайна температура, филтрува се и се концентрира, при което се
получават 31.5 г бяло твърдо вещество. Веществото се прекристализира
двукратно от хексани, за да се получат 15.3 г /49%/ 3-15-/бромметил/-
4-хлор-2-флуорфенил-4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, под
формата на бяло твърдо вещество; т.т. 112-114°C.

Изчислено за $C_{12}H_7N_2F_4Cl_2Br_1$: C-35.50%; H-1.74%; N-8.90%.

Намерено: C-35.57%; H-1.76%; N-6.88%.

Пример 31

этилов естер на
Получаване на 3-15-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорме-
тил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенил/метил/тио/оцетната киселина /съеди-
нение № 123/

Смес от 1.62 г /4.0 ммола/ 3-15/бромметил/-4-хлор-2-флу-
орфенил-4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, 0.44 мл етилмер-
каптоацетат и 0.55 г калиев карбонат се суспендира в 25 мл ацетон. Ре-
акционната смес се разбърква при стайна температура една нощ. След

разреждане със 100 мл студена вода, сместа се екстрахира с етилацетат органичните екстракти се промиват с вода, сушат се над магнезиев сулфат и се концентрират под вакуум. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, при което се получават 1.7 г /96% / //2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорфенил/метил/тио/оцетна киселина, неин етилов естер, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 63

Изчислено за $C_{16}H_{14}Cl_2F_4N_2O_2$: C-43.16%; H-3.17%; N-6.29%.
Намерено: C-43.16%; H-3.16%; N-6.27%.

Пример 32

Получаване на 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуормети-1Н-пиразол-3-ил-4-флуорбензолметанол /съединение № 122/

Към разтвор на 7.1 г /0.0175 мола/ 3-15-/бромметил/-4-хлор-2-флуорфенил-4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол в 20 мл диметилформамид се прибавят 1.5 г /0.018 мола / натриев ацетат. Смест се разбърква в продължение на 12 часа при температура 25°C. Сместа се излива в 100 мл студена вода и твърдото вещество се филтрува и суши. Продуктът се прекристализира от етанол/вода, като се получават 6.0 г /90% / 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорбензолметанол, ацетат /естер/, т.т. 90°C. Ацетатът се разтваря в 10 мл 1,4-диоксан и 10 мл вода и се прибавят 6.3 мл /0.0156 мола/ 10% ен разтвор на NaOH. След 30 минути разтворът се неутрализира с концентрирана солна киселина, филтрува се и твърдото вещество се филтрува, след което се прекристализира от етанол/вода, като се получават 5.4 г /99% / 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-4-флуорбензолметанол, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 103°C.

Изчислено за: $C_{12}H_8N_2O_1F_4Cl_2$: C-42.01%; H-3.35%; N-8.16%.
Намерено: C-41.88%; H-3.34%; N-8.09%.

Пример 33

Получаване на 1-метилетиллов естер на //2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорфенил/метокси/оцет-

на киселина /съединение № 119/.

1.7 г /5.0 ммола/ 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуормети-
-1Н-пиразол-3-ил-4-флуорбензоламетанол, 0.8 г /5.5 ммола/ калиев кар-
бонат и 0.7 мл /5.5 ммола/ изопропилопромацетат се суспендират в 15 мл
диметилсулfoxид при температура 25°C. Сместа се разбърква в продълже-
ние на една нощ при температура 45°C, след което се охлажда, разрежда
се със 100 мл студена вода и се екстрахира четирикратно с етилацетат.
Етилацетатните екстракти се промиват с луга, сушат се над безводен маг-
незиев сулfoxат и се отдестилират с вакуум. Остатъкът се пречиства чрез
хроматография, като се използват 10% етилацетат в хексан като елuent,
при което се получават 0.9 г /41%/ 2-метилетил-ов естер на //2-хлор-5-
/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорфенил/меток-
си/оцетна киселина, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 55°C.

Изчислено за $C_{17}H_{16}Cl_2F_4N_2O_3$: C-46.07%; H-3.64%; N-6.32%.

Намерено: C-46.31%; H-3.69%; N-6.11%.

Пример 34

Получаване на 4-хлор-3-14-хлор-5-/дибромметил/-2-флуорфенил
-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол /съединение № 132/

В обледяваща колба от 250 мл, снабдена с магнитна бъркалка,
се приготвя суспензия на 3-15-метил-4-хлор-2-флуорфенил-4-хлор-1-ме-
тил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол /8.18 г, 25 ммола/ и N-бромсукцини-
мид /8.9 г, 50.0 ммола/ в 50 мл тетрачлорметан. Прибави се каталитич-
но количество от бензоиллов прекис и температурата се повишава до тази
на обратния хладник и тя се поддържа в продължение на 3.5 часа. Ре ак-
ционната смес се охлажда до стайна температура, филтрува се и се кон-
центрира. Остатъкът се пречиства чрез хроматография, при което се полу-
чават 10.36 г /85%/ 4-хлор-3-14-хлор-5-/дибромметил/-2-флуорфенил-1-
метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол, под формата на бяло твърдо вещест-
во, т.т. 89-92°C.

Изчислено за $C_{12}H_6N_2F_4Cl_2Br_2$: C-29.72%; H-1.25%; N-5.78%;

Намерено: C-29.72%; H-1.25%; N-5.78%.

Пример 35

Получаване на 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуорбензалдехид /съединение № 133/

В обледяваща колба от 100 мл, снабдена с магнитна бъркалка, се разбъркват 4-хлор-3-14-хлор-5-/дибромметил/-2-флуорфенил-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /5.0 г, 10.3 ммола/ в 20 мл сярна киселина, в продължение на 30 минути. Полученият бистър жълт разтвор престоива при стайна температура 10 дни, разбърква се за кратко време, при което се обезцветява и се излива върху 200 мл лед/вода. Водната смес се екстрахира с етер и органичният слой се суши с магнезиев сулфат, филтрува се и се концентрира, като се получават 3.15 г бяло твърдо вещество, което се прекристализира от студени хексани, за да се получат 2.5 г /71%/ 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуорбензалдехид, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 70-72°C.

Изчислено за $C_{12}H_6N_2O_1F_4Cl_2$: C-42.26%; H-1.77%; N-8.21%.

Намерено: C-42.22%; H-1.78%; N-8.24%.

Пример 36

Получаване на 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуорбензоена киселина /съединение № 149/

Към разтвор на 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуорбензалдехид /4.5 г, 13.2 ммола/ в 40 мл ацетон се прибавят 13 мл /26 ммола/ реагент на Джонс. Разтворът се разбърква при температура на околната среда в продължение на 2 часа и се излива в 400 мл вода. Полученото твърдо вещество се филтрува и се суши във вакуум една нощ, при което се получават 4.5 г /96%/ 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуорбензоена киселина, под формата на бяло твърдо вещество. Аналитична проба се прекристализира

от етер/хексани; т.т. 179-181°C.

Изчислено за $C_{13}H_6N_2O_2F_4Cl_2$: C-40.36%; H-1.69%; N-7.84%;

Намерено: C-40.49%; H-1.74%; N-7.77%;

Пример 37

Получаване на 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-4-флуорбензоена киселина, 1-метилетиллов естер /съединение № 135/

Към разтвор на 4.3 г /0.012 мола/ 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина в 50 мл метиленхлорид се прибавят 3.1 мл /0.036 мола/ оксалнихлорид, което предизвиква отделяне на газ. Когато се преустанови отделянето на газ се прибавя една капка диметилсулфоксид и разтворът се разбърква до окончателното спиране на отделянето на газ. Разтворът се концентрира под вакуум и полученият остатък се разтваря в 25 мл изопропанол, следва загряване до 60°C в продължение на 1 час. Разтворът се охлажда, излива се в 200 мл студена вода и твърдото вещество се филтрува и суши. Продуктът се прекристализира от етанол/вода и се получават 1.69 г /70 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-4-флуорбензоена киселина, 1-метилетиллов естер, под формата на бяло твърдо вещество; т.т. 69°C.

Изчислено за $C_{15}H_{12}Cl_2F_4N_2O_2$: C-45.13%; H-3.03%; N-7.02%.

Намерено: C-45.14%; H-3.04%; N-7.03%.

Примери 38 и 39 илюстрират конкретни изпълнения на метс XIII.

Пример 38

Получаване на 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-4-флуорбензолсулфонилхлорид /съединение № 346/

Разтвор на 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол в 20 мл хлорсулфонова киселина се нагрява на маслена баня с температура 120°C в продължение на 4 часа и се оставя

да се охлади до стайна температура. Прибавя се метиленхлорид и разтворът се прибавя на вапки към смес от лед и вода, при непрекъснато разбъркване /внимание, изключително реакционнспособна/. Слоевете се разделят и водният слой се промива с метиленхлорид. Събраните органични слоеве се сушат с магнезиев сулфат, филтруват се и се концентрират, като полученият твърд остатък се промива с много малко количество етер, след което прекристализира от хексани, за да се получат 1.65 г /63% 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил1-4-флуорбензолсулфонилхлорид, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 116-117°C.

Изчислено за $C_{11}H_5N_2O_2S_1F_4Cl_3$: C-32.10%; H-1.22%; N-6.81%;
Cl-25.84%.

Намерено: C-32.15%; H-1.17%; N-6.76%;
Cl-25.77%.

Пример 39

Получаване на 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил1-4-флуорбензолтиол /съединение № 343/

Към разтвор на 12.8 г /0.031 мола/ 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил1-4-флуорбензолсулфонилхлорид в 100 мл оцетна киселина се прибавят 40.7 г /0.62 мола/ цинков прах. Суспензията се разбърква при 80°C в продължение на 4 часа, оставя се да се охлади и се филтрува през $CaCl_2$. Филтратът се излива в 1.0 л вода, твърдото вещество се филтрува и се суши. Твърдото вещество се прекристализира от етанол/вода, като се получават 10.2 г /95% 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил1-4-флуорбензолтиол, под формата на жълто твърдо вещество, т.т. 56-58°C.

Изчислено за $C_{11}H_6N_2S_1F_4Cl_2$: C-38.28%; H-1.75%; N-8.13%.

Намерено: C-38.29%; H-2.01%; N-8.12%.

Пример 40

Получаване на 4-хлор-3-/4-хлор-5-/1,3-диоксолан-2-ил/-2-флуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол /съединение № 100/ по метод XIV.

В апарат, снабден с уловител на Дин-Старк за ацетропно отделяне на водата, се загряват до температурата на обратния хладник, в продължение на 24 часа, 2.4 г /7.0 ммола/ 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуорбензалдехид, 0.4 мл /7.7 ммола, етиленгликол и каталитично количество p-толуолсулфонова киселина в 50 мл толуол. Получената смес се концентрира и остатъкът се пречиства чрез хроматография, като се получават 1.65 г /61%/ 4-хлор-3-/4-хлор-5-/1,3-диоксолан-2-ил/-2-флуорфенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол, по формата на бистро безцветно масло; n_D^{25} 1.5348.

Изчислено за $C_{14}H_{10}Cl_2F_4N_2O_2$: C-43.66%; H-2.62%; N-7.27%.

Намерено: C-43.67%; H-2.59%; N-7.24%.

Пример 41

Получаване на 3-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенил/акрилова киселина, нейни метилов естер /съединение № 128/ по метод XV.

Към разтвор на 2.3 г /6.8 ммола/ 2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил-4-флуорбензалдехид в 25 мл метанол се прибавят 2.27 г /6.8 ммола/ метил/трифенилфосфораниден/ацетат, като се поддържа температура под 35°C. Реакционната смес се разбърква 15 минути и се разрежда с етилацетат, промива се с луга, суши се над безводен магнезиев сулфат и се концентрира под вакуум. Остатъкът се пречиства хроматографски, като се използват 20% етилацетат в хексан, като елент, при което се получават 2.0 г /74%/ 3-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенил/акрилова киселина, нейни метилов естер, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 117°C.

Изчислено за $C_{15}H_{10}Cl_2F_4N_2O_2$: C-45.36%; H-2.54%; N-7.05%.
Намерено: C-45.41%; H-2.59%; N-7.03%.

Пример 4

Получаване на 2-хлор-5-(4-хлор-1-метил-5-(трифлуорметил)-1H-пиразол-3-ил)-4-флуорбензил/метилен/амино/окси/оцетна киселина /соединение № 130/ по метод XVI.

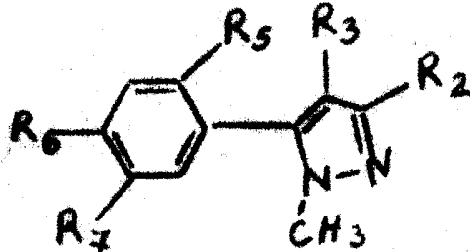
Смес от 3.4 г /0.01 мола / 2-хлор-5-(4-хлор-1-метил-5-(трифлуорметил)-1H-пиразол-3-ил)-4-флуорбензалдехид, 2.73 г /0.0125 мола/ карбоксиметоксиламин полухидрохлорид и 1.03 г /0.0125 мола/ натриев ацетат в 50 мл етанол се загрява до температура на обратния хладник в продължение на 2 часа. Реакционната смес се охлажда, обработва се със 150 мл вода и получената утайка се събира и суши. Продуктът се прекристализира от метилциклохексан с минимално количество етилацетат, като се получават 3.35 г /81%/ 2-хлор-5-(4-хлор-1-метил-5-(трифлуорметил)-1H-пиразол-3-ил)-4-флуорбензил/метилен/амино/окси/оцетна киселина, под формата на бяло твърдо вещество, т.т. 170°C.

Изчислено за $C_{14}H_{19}Cl_2F_4N_3O_3$: C-40.60%; H-2.19%; N-10.15%.
Намерено: C-40.54%; H-2.28%; N-10.17%.

Таблица ⁴ от ⁴До 6, по-долу, включват примери на съединения, получени по методи II-XVI. В таблица 4 са изброени примери на 1-метил-5-арилпиразолови съединения, а в таблица 5 - на 1-метил-3-арилпиразолови съединения. В таблица 6 са включени различни съединения, повечето от които са съединения, в които E_6 и E_7 образуват кондензирани хетероцикленни системи.

ТАБЛИЦА 4

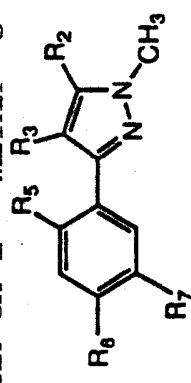
ФИЗИЧНИ ДАННИ ЗА 1-МЕТИЛ-5-АРИЛПИРАЗОЛИ



Съединение №	R ₂	R ₃	R ₅	R ₆	R ₇	ФИЗИЧНИ ДАННИ /t.т., t.ж., n _D /
62	CF ₂ H	Cl	F	H	F	n _D , 1.5162 /25°C
63	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₃	71.0-72.0°C
64	CF ₂ H	Cl	F	Cl	CH ₃	91.0°C
65	CF ₃	Cl	H	NO ₂	H	122.5-123.5°C
66	CF ₃	Cl	H	Cl	H	68.9-69.6°C
67	CF ₂ Cl	Cl	H	Cl	H	65.1-66.0°C
68	CF ₃	Br	F	H	F	53°C
69	CF ₃	Cl	F	H	F	69.0°C
70	CF ₃	Cl	F	NO ₂	F	88.0°C
71	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	F	n _D , 1.5062 /25°C
72	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₃	123.0-124.0°C
73	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH ₃	120.0-120.5°C
74	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₃	100.0°C
75	CF ₃	Cl	F	F	H	43.0-44.0°C
76	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	116.5-117.0°C
77	CF ₃	Cl	F	F	NO ₂	57.0-58.5°C
78	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	NO ₂	108.0°C
79	CF ₃	Cl	F	Cl	H	73.0-74.0°C
80	CF ₃	Cl	Cl	Cl	F	71.5-72.5°C

TABLE 5 ТАБЛИЦА 5
PHYSICAL DATA FOR 1-METHYL-3-ARYLPYRAZOLES

ФИЗИЧНИ ДАТА ЗА 1 - МЕТИЛ-3 - АРИЛПИРАЗОЛИ



Compound No. Съединение №	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (т.т., т.к., nD)
81	CF3	Cl	H	NO2	H	93.0-95.0°C
82	CF3	Cl	H	Cl	H	68.2-69.2°C
83	CF2Cl	Cl	H	Cl	H	37.0-38.4°C
84	CF3	Cl	Cl	Cl	F	64.0°C
85	CF3	Cl	Cl	Cl	H	78.5-79.5°C
86	CF3	Cl	Cl	Cl	NO2	118.0-120.0°C
87	CF3	Cl	Cl	Cl	N(SO2CH3)2	137.0°C
88	CF3	Cl	Cl	Cl	NHCOCF3	125.0°C
89	CF3	Cl	Cl	Cl	SO2Cl	127.0-128.0°C
90	CF3	Cl	Cl	Cl	N(SO2CH2CH3)2	185.0°C
91	CF3	Cl	Cl	Cl	NHSO2CH3	160.0°C
92	CF3	Cl	Cl	Cl	NHSO2CH2CH3	125.0°C
93	CF3	Cl	Cl	Cl	SH	100.0°C
94	CF3	Cl	F	Br	OCH3	76.0-77.0°C
95	CF3	Cl	F	Br	OH	83.0-84.0°C

Table 5. Physical Data (con't).
Таблица 5 Продължение

Compound No. Съединение №	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (Т.Т., Т.К., nD)
96	CF3	Cl	F	Br	OCH2C≡CH	112.0-113.5°C
97	CF3	Cl	F	Br	OCH(CH3)CO2Et	nD, 1.5217 (25°C)
98	CF3	Cl	F	Cl	2-(4,5-дихидрооксазол)ил	110.0°C
99	CF3	Cl	F	Cl	4-морфолинил	98.0-99.0°C
100	CF3	Cl	F	Cl	2-(1,3-диоксолан)ил	nD 1.5348 (25°C)
101	CF3	Cl	F	Cl	2-(1,3-дитиолан)ил	бистро безцветно масло
102	CF3	Cl	F	Cl	2-(1,3-оксатиолан)ил	nD 1.5614 (25°C)
103	CF3	Cl	F	Cl	C(CH3)2C≡N	nD, 1.5274 (25°C)
104	CF3	Cl	F	Cl	C(CH3)=NOCH2CO2Et	nD, 1.5203 (25°C)
105	CF3	Cl	F	Cl	C(CH3)=NOCH2CONH2	96.0°C
106	CF3	Cl	F	Cl	CH(CH3)C≡N	nD, 1.5280 (25°C)
107	CF3	Cl	F	Cl	CH(CH3)OH	85.0-87.0°C
108	CF3	Cl	F	Cl	CH2Br	112.0-114.0°C
109	CF3	Cl	F	Cl	CH2Cl	100.0-102.0°C
110	CF3	Cl	F	Cl	CH2CO2CH3	64.0-65.0°C
111	CF3	Cl	F	Cl	CH2CO2H	139.0-141.0°C
112	CF3	Cl	F	Cl	CH2CONH2	185.0-189.0°C
113	CF3	Cl	F	Cl	CH2CONHCH2CH2Cl	187.0°C
114	CF3	Cl	F	Cl	CH2CONHCH3	212.0°C
115	CF3	Cl	F	Cl	CH2C≡N	89.0-91.0°C
116	CF3	Cl	F	Cl	CH2OCH2CH2F	57.0°C
117	CF3	Cl	F	Cl	CH2OCH2CH2OCH3	nD, 1.5155 (25°C)

Table 5. Physical Data (con't).

Таблица 5 Продължение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (Т., Т., Т., К., nD)
118	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₂ OCH ₂ CH ₃	34.0-37.0°C
119	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₂ OCH ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	55.0°C
120	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₂ OCH ₂ C≡CH	44.0°C
121	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₂ OOCOCH ₃	90.0°C
122	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₂ OH	103.0-104.0°C
123	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₂ SCH ₂ CO ₂ Et	63.0°C
124	CF ₃	Cl	F	Cl	CH ₃	72.0-74.0°C
125	CF ₃	Br	F	Cl	CH ₃	93.0-95.0°C
126	CF ₂ H	Cl	F	Cl	CH ₃	115.0°C
127	CF ₃	Cl	F	Cl	CH=C(CH ₃)CO ₂ Et	54.0°C
128	CF ₃	Cl	F	Cl	CH=CHCO ₂ CH ₃	117.0°C
129	CF ₃	Cl	F	Cl	CH=NOCH ₂ CO ₂ Et	nD, 1.5330 (25°C)
130	CF ₃	Cl	F	Cl	CH=NOCH ₂ CO ₂ H	170.0°C
131	CF ₃	Cl	F	Cl	CH=NOCH ₂ CONH ₂	169.0°C
132	CF ₃	Cl	F	Cl	CHBr ₂	89.0-92.0°C
133	CF ₃	Cl	F	Cl	CHO	70.0-72.0°C
134	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ -cyclohexyl ЦИКЛОХЕКСИЛ	nD, 1.5287 (25°C)
135	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH(CH ₃) ₂	69.0°C
136	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH(CH ₃)CH ₂ CH ₃	nD, 1.5150 (25°C)
137	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH(CH ₃)CO ₂ CH ₃	nD, 1.5190 (25°C)
138	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH(CH ₃)CO ₂ Et	nD, 1.5119 (25°C)
139	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₂ CH(CH ₃) ₂	nD, 1.5158 (25°C)

Table 5. Physical Data (con't).

Таблица 5. Продължение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (Т.Т., Т.К., nD)
140	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₂ CH(CH ₃)CH ₂ CH ₃	nD, 1.5145 (25°C)
141	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₂ CH ₂ CH(CH ₃) ₂	nD, 1.5132 (25°C)
142	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	64.0°C
143	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₂ CO ₂ Et	83.0°C
144	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₂ C≡CH	92.0°C
145	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₂ OCH ₃	77.0°C
146	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CH ₃	78.0°C
147	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ CHF ₂ CO ₂ Et	nD, 1.5112 (25°C)
148	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ Et	88.0°C
149	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ H	179.0-180.0°C
150	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ n-butyl БУТИЛ	clear oil бистро масло
151	CF ₃	Cl	F	Cl	CO ₂ t-butyl БУТИЛ	nD, 1.5130 (25°C)
152	CF ₃	Cl	F	Cl	COCH ₃	134.0-135.0°C
153	CF ₃	Cl	F	Cl	CON(CH ₃) ₂	clear oil бистро масло
154	CF ₃	Cl	F	Cl	CONHC(CH ₃) ₂ CH ₂ OH	115.0°C
155	CF ₃	Cl	F	Cl	CONHCH ₂ CH ₂ Cl	129.0°C
156	CF ₃	Cl	F	Cl	CONHCH ₂ CH ₂ OH	143.0°C
157	CF ₃	Cl	F	Cl	CONHCH ₃	172.0°C
158	CF ₃	Cl	F	Cl	CONHN(CH ₃) ₂	172.0°C
159	CF ₃	Cl	F	Cl	CONHOCH ₂ CO ₂ CH ₃	95.0°C
160	CF ₃	Cl	F	Cl	COSCH(CH ₃) ₂	nD, 1.5475 (25°C)
161	CF ₃	Cl	F	Cl	COSCH(CH ₃)CO ₂ Et	nD, 1.4723 (25°C)

Table 5. Physical Data (con't).

Таблица 5 Продължение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (Т.т., Т.к., nD)
162	CF ₃	Cl	F	Cl	F	45.5-46.5°C
163	CF ₃	Cl	F	Cl	H	34.0-35.0°C
164	CCl ₃	Cl	F	Cl	H	62.0-64.0°C
165	CF ₂ H	Cl	F	Cl	H	61.0°C
166	CF ₃	Cl	F	Cl	N(CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	nD, 1.5030 (25°C)
167	CF ₃	Cl	F	Cl	N(COCF ₃)CH ₂ CH=CH ₂	75.0°C
168	CF ₃	Cl	F	Cl	N(COCF ₃)CH ₂ CO ₂ Et	76.0-79.0°C
169	CF ₃	Cl	F	Cl	N(COCF ₃)CH ₂ C≡CH	nD, 1.5061 (25°C)
170	CF ₃	Cl	F	Cl	N(COCF ₃)CH ₃	nD, 1.5004 (25°C)
171	CF ₃	Cl	F	Cl	N(COCH ₃)CH(CH ₃) ₂ COCH ₃	140.0°C
172	CF ₃	Cl	F	Cl	N(SO ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃) ₂	138.0°C
173	CF ₃	Cl	F	Cl	N(SO ₂ CH ₂ CH ₃) ₂	135.0°C
174	CF ₃	Cl	F	Cl	N(SO ₂ CH ₃) ₂	205.0°C
175	CF ₃	Cl	F	Cl	N(SO ₂ N(CH ₃) ₂) ₂	149.0-153.0°C
176	CF ₃	Cl	F	Cl	NEt ₂	nD, 1.5262 (25°C)
177	CF ₃	Cl	F	Cl	NH ₂	96.0-98.0°C
178	CF ₂ H	Cl	F	Cl	NH ₂	110.0-111.5°C
179	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH(CH ₃) ₂	nD, 1.5361 (25°C)
180	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH(CH ₃)CO ₂ Et	55.0-57.0°C
181	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH(CH ₃)CO ₂ H	167.0-169.0°C
182	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH(CH ₃)CONHCH ₃	134.0-135.0°C
183	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH ₂ CH=CH ₂	nD, 1.5483 (25°C)

Table 5. Physical Data (cont).

Таблица 5 Продължение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (Т., Т., Т.к., nD)
184	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH ₂ CO ₂ Et	114.0-116.0°C
185	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH ₂ CO ₂ H	176.0-182.0°C
186	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH ₂ C≡CH	73.0°C
187	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCH ₃	nD, 1.5509 (25°C)
188	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCO ₂ Et	74.0-76.0°C
189	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCOCF ₃	137.0-138.0°C
190	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCOCH ₂ CO ₂ CH ₃	155.0°C
191	CF ₃	Cl	F	Cl	NHCOCH ₂ OCH ₃	163.0-165.0°C
192	CF ₃	Cl	F	Cl	NHPO(OEt) ₂	84.0-87.0°C
193	CF ₃	Cl	F	Cl	NHSO ₂ CF ₃	300.0°C
194	CF ₃	Cl	F	Cl	NHSO ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	81.0°C
195	CF ₃	Cl	F	Cl	NHSO ₂ CH ₂ CH ₃	112.0°C
196	CF ₃	Cl	F	Cl	NHSO ₂ CH ₃	108.0°C
197	CF ₃	Cl	F	Cl	NO ₂	102.0-104.0°C
198	CF ₂ H	Cl	F	Cl	NO ₂	91-92.5°C
199	CF ₃	Cl	F	Cl	O(CH ₂) ₅ CO ₂ Et	nD, 1.5077 (25°C)
200	CF ₃	Cl	F	Cl	O(CH ₂) ₅ CO ₂ H	nD, 1.5174 (25°C)
201	CF ₃	Cl	F	Cl	O(CH ₂) ₅ CONHCH ₂ CH ₂ OH	62.0-64.0°C
202	CF ₃	Cl	F	Cl	O(CH ₂) ₅ CONHCH ₃	118.0-120.0°C
203	CF ₃	Cl	F	Cl	O-(2-хлор-4-трифлуорметил)фенил	nD, 1.5356 (25°C)
204	CF ₃	Cl	F	Cl	O-(2-нитро-4-трифлуорметил)фенил	19.0°C
205	CF ₃	Cl	F	Cl	O-(4-трифлуорметил)фенил	nD, 1.5275 (25°C)

Table 5. Physical Data (con't).

Таблица 5. Продължение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (°C, °C, г.к., nD)
206	CF ₃	Cl	F	Cl	O-(p-nitrophenyl)нитрофенил	nD, 1.5796 (25°C)
207	CF ₃	Cl	F	Cl	O-n-dodecyl n-додецил	nD, 1.4985 (25°C)
208	CF ₃	Cl	F	Cl	O-n-hexyl n-хексил	nD, 1.5104 (25°C)
209	CF ₂ H	Cl	F	Cl	OC(CH ₃) ₂ CH ₂ Cl	nD, 1.5210 (25°C)
210	CF ₃	Cl	F	Cl	OC(CH ₃) ₃	nD, 1.5128 (25°C)
211	CF ₃	Cl	F	Cl	OCF ₂ H	45.0°C
212	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₂ CH ₃)CO ₂ Et	nD, 1.4309 (25°C)
213	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₂ CH ₃)CO ₂ H	139.0-140.0°C
214	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₂ CH ₃)CONHCH ₃	152.0°C
215	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)(2-(4,5-дихидрооксазолил))	nD, 1.5336 (25°C)
216	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃) ₂	nD, 1.5169 (25°C)
217	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)C≡CH	59.5-61.5°C
218	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CH ₂ OCH ₃	clear oil бистро масло
219	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ (CH ₂) ₂ Cl	nD, 1.5168 (25°C)
220	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ (CH ₂) ₃ CH ₃	nD, 1.5005 (25°C)
221	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ (CH ₂) ₄ Cl	nD, 1.5155 (25°C)
222	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ Na ⁺	51.0-60.0°C
223	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ CH(CH ₃) ₂	бистро безцветно масло
224	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ CH(CH ₃)CH ₂ CH ₃	nD, 1.5031 (25°C)
225	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ CH ₂ CH(CH ₃) ₂	nD, 1.5037 (25°C)
226	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ CH ₂ CO ₂ Et	nD, 1.5061 (25°C)
227	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ CH ₂ OCH ₃	nD, 1.5120 (25°C)

41-21(3127)A

-XV-

78

Table 5. Physical Data (cont').

Таблица 5 Продолжение

Compound No. Съединение №	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (т.т., т.к., nD)
228	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ CH ₃	nD, 1.5175 (25°C)
229	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ Et	nD, 1.5106 (25°C)
230	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ H	150.0-151.0°C
231	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CO ₂ t-butyl бУТИЛ	nD, 1.4999 (25°C)
232	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CON(CH ₃) ₂	lt. yellow oil с в. ЖЪЛТО МАСЛО
233	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CONH ₂	152.0°C
234	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CONHCH ₂ CH ₂ Cl	104.0°C
235	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CONHCH ₂ CH ₂ OH	131.0°C
236	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CONHCH ₂ CO ₂ CH ₃	111.0-112.0°C
237	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CONHCH ₃	134.5-135.5°C
238	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)CONHSO ₂ CH ₃	159.0°C
239	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)COOCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OMe	nD, 1.5047 (25°C)
240	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(CH ₃)C≡N	nD, 1.5223 (25°C)
241	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(Et)CO ₂ CH(CH ₃) ₂	nD, 1.5026 (25°C)
242	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(Et)CO ₂ CH ₃	nD, 1.5127 (25°C)
243	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(Et)CO ₂ t-butyl бУТИЛ	nD, 1.4983 (25°C)
244	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(Et)CO ₂ t-butyl бУТИЛ	63.0-65.0°C
245	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(Et)CONH ₂	153.0°C
246	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(Et)C≡N	nD, 1.5167 (25°C)
247	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(OCH ₃)CO ₂ CH ₃	nD, 1.5174 (25°C)
248	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(OCH ₃)CO ₂ H	lt. yellow oil с в. ЖЪЛТО МАСЛО
249	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH(OCH ₃)CONHCH ₃	96.0°C

Table 5. Physical Data (cont.).

Таблица 5 Продължение

Compound No. Съединение №	R2	R3	R5	R6	R7	physical data (mp, bp, nD) (Т.Т., Т.К., nD)
250	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ (1,3-DIOXOLAN-2-YL)	102.5-104.5°C (разлагане)
251	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ (2-pyridyl) пиридил	122-123°C (dec) разлагане
252	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ (5-(2-хлор)тиофен)	78-80°C
253	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ (OXIRANYL)	85.5-86.5°C
254	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ (TETRAHYDRO-2H-PYRAN-2-YL)	88.5-90.0°C
255	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C(CH ₃) ₂ CO ₂ CH ₃	nD, 1.5087 (25°C)
256	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C(CH ₃) ₂ CONHCH ₃	viscous oil ВЪЗКОЕНО МАСЛО
257	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C(Et)=NOCH ₂ CO ₂ Et	nD, 1.5147 (25°C)
258	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C(Et)=NOCH ₂ CO ₂ H	128.0°C
259	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C(Et)=NOCH ₂ CONH ₂	173.0°C
260	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C(Et)=NOCH ₃	nD, 1.5216 (25°C)
261	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	89.5-91.0°C
262	CF ₃	Br	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	107.0°C
263	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CF ₃	68.0°C
264	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH(OCH ₃) ₂	62.0°C
265	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ (1,3-DIOXAN-2-YL)	74.0-75.0°C
266	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ Br	nD, 1.5470 (25°C)
267	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	nD, 1.5153 (25°C)
268	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	nD, 1.5175 (25°C)
269	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ F	103.0°C
270	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	93.0-94.0°C

Table 5. Physical Data (cont').
Таблица 5 Продолжение

Compound No.	R ₂	R ₃	R ₅	R ₆	R ₇	physical data (mp, bp, nD) (т.т., т.к., nD)
271	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ SCH(CH ₃)CO ₂ Et	nD, 1.5275 (25°C)
272	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ SCH ₂ CO ₂ Et	nD, 1.5321 (25°C)
273	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ SCH ₃	nD, 1.5464 (25°C)
274	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₃	clear oil бистрпо масло
275	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ SOCH ₃	87.0°C
276	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₃	80.0°C
277	CF ₃	Br	F	Cl	OCH ₂ CH=CH ₂	52.5°C
278	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH=CH ₂	76.0°C
279	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ ·(CH ₃) ₂ CHNH ₃ ⁺	123.0-125.0°C
280	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ ·Na ⁺	250.0°C
281	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ -cyclohexyl ЦИКЛОГЕКСИЛ	150.0°C
282	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	134.0-135.0°C
283	CF ₂ H	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	129.0-130.0°C
284	C ₂ F ₅	H	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	91-92°C
285	CF ₂ Cl	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	98°C
286	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH(CH ₃)CH ₂ CH ₃	101.0-103.0°C
287	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH ₂ CH(CH ₃)CH ₂ CH ₃	96.0°C
288	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH ₂ CH ₂ CH(CH ₃) ₂	128°C
289	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ CH ₃	108.0-110.0°C
290	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ Et	130.0-131.0°C
291	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ H	174.0°C
292	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ n-butyl БУТИЛ	96.0-98.0°C

Table 5. Physical Data (cont').

Таблица №5 Продолжение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	Physical data (mp, bp, nD) (г.т., т.к., nD)
293	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ n-pentyl	91.0-93.0°C
294	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CO ₂ t-butyl	127.0°C
295	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ COCH ₂ CH ₃	93.0°C
296	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CONH ₂	191.0°C
297	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CONHCH(CH ₃) ₂	130.0°C
298	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CONHCH ₃	144.0-145.0°C
299	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CONHN(CH ₃) ₂	146.0-148.0°C
300	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ COSCH(CH ₃) ₂	96.0-97.0°C
301	CF ₃	H	F	Cl	OCH ₂ C≡CH	113.0°C
302	CF ₂ H	Cl	F	Cl	OCH ₂ C=CH	68.0-69.0°C
303	CF ₂ Cl	Cl	F	Cl	OCH ₂ C=CH	nD, 1.5544 (24°C)
304	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ C=N	98.0°C
305	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ OCH ₂ CH ₂ F	nD, 1.5150 (25°C)
306	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	nD, 1.5134 (25°C)
307	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ OCH ₂ C≡CH	nD, 1.5275 (25°C)
308	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ OCH ₃	54.5-55.0°C
309	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ SCH ₃	78.0-79.0°C
310	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ SO ₂ CH ₃	137.0°C
311	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ SOCH ₃	109.0-111.0°C
312	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₃	70.0-71.0°C
313	CF ₃	Br	F	Cl	OCH ₃	85.0-86.0°C
314	CF ₂ H	Cl	F	Cl	OCH ₃	128.0-130.0°C

Table 5. Physical Data (con't).

Таблица № 5 Продолжение

Compound No.	R ₂	R ₃	R ₅	R ₆	R ₇	Физические данные (Т. л., Т. л. к., n _D)
315	CF ₂ Cl	Cl	F	Cl	OCH ₃	n _D , 1.6399 (26°C)
316	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH=CH ₂	57.0°C
317	CF ₃	Cl	F	Cl	OCHF ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	96.0°C
318	CF ₃	Cl	F	Cl	OCHF ₂ CO ₂ Et	60.0°C
319	CF ₃	Cl	F	Cl	OCHF ₂ CO ₂ H	116.0°C
320	CF ₃	Cl	F	Cl	OCHF ₂ CO ₂ SCH(CH ₃) ₂	65.0°C
321	CF ₃	Cl	F	Cl	COOCH ₂ Cl	n _D , 1.5299 (25°C)
322	CF ₃	Cl	F	Cl	COOCH ₂ OCH ₃	76.0-78.0°C
323	CF ₃	Cl	F	Cl	COOCH ₃	53.0-55.0°C
324	CF ₃	Cl	F	Cl	OCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OMe	n _D , 1.5111 (25°C)
325	CF ₃	Cl	F	Cl	OH	123.0-126.0°C
326	CF ₃	Br	F	Cl	OH	83.0°C
327	CF ₃	H	F	Cl	OH	131.0°C
328	CF ₂ H	Cl	F	Cl	OH	113.0-114.0°C
329	CF ₂ Cl	Cl	F	Cl	OH	107-109°C
330	CF ₃	Cl	F	Cl	OSO ₂ CH ₃	64.0-65.5°C
331	CF ₃	Cl	F	Cl	OSO ₂ n-propyl H. -пропил	n _D , 1.5213 (25°C)
332	CF ₂ H	Cl	F	Cl	Or-butyl трет. -бутил	n _D , 1.5276 (25°C)
333	CF ₃	Cl	F	Cl	SCF ₂ H	n _D , 1.5321 (25°C)
334	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH(CH ₃) ₂	clear oil бистро масло
335	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH(CH ₃)CO ₂ Et	n _D , 1.5345 (25°C)
336	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH ₂ CH ₂ OCH ₃	57.0°C

Table 5. Physical Data (con't).

Таблица № 5 Пролъжение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	Физични данни physical data (тип, вр, тД) (г.т., т.к., т.в.)
Съединение №						
337	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH ₂ CO ₂ CH(CH ₃) ₂	nD, 1.5358 (25°C)
338	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH ₂ CO ₂ Et	63.0-64.0°C
339	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH ₂ CO ₂ H	128.0°C
340	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH ₂ CONH ₂	167.0°C
341	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH ₂ C≡CH	98.0°C
342	CF ₃	Cl	F	Cl	SCH ₃	89.0-90.0°C
343	CF ₃	Cl	F	Cl	SH	56.0-58.0°C
344	CF ₃	Cl	F	Cl	SO ₂ (1-пулазол) пираволид	155.0°C
345	CF ₃	Cl	F	Cl	SO ₂ CH(CH ₃) ₂	132.0°C
346	CF ₃	Cl	F	Cl	SO ₂ Cl	116.0-117.0°C
347	CF ₃	Cl	F	Cl	SO ₂ N(CH ₃) ₂	118.0°C
348	CF ₃	Cl	F	Cl	SO ₂ NHCH ₃	113.0°C
349	CF ₃	Cl	F	Cl	SOCH(CH ₃) ₂	119.0°C
350	CF ₃	Cl	F	Cl	Транс- $\text{CH}=\text{C}(\text{CH}_3)\text{CO}_2\text{H}$	213°C
351	CF ₃	Cl	F	Cl	Транс- $\text{CH}=\text{CHCO}_2\text{H}$	209°C
352	CF ₃	Cl	F	F	H	nD, 1.6284 (25°C)
353	CF ₃	Cl	F	F	NH ₂	82.0°C
354	CF ₃	Cl	F	F	Cl	50.0-51.0°C
355	CF ₃	Cl	F	F	NO ₂	90.5-91.5°C
356	CF ₃	Cl	F	F	NHCOCH ₃	115.0-116.0°C
357	CF ₃	Cl	F	F	N(SO ₂ CH ₃) ₂	176.5°C
358	CF ₃	Cl	F	F	NHSO ₂ CH ₃	163.0-164.0°C

Table 5. Physical Data (cont).

Таблица № 5 Пролъжение

Compound No. Съединение №	R2	R3	R5	R6	R7	Physical data (ref. in nD) (Т.т., Т.к., nD)
359	CF ₃	Cl	F	F	NHCOCH ₂ OCH ₃	152.0-154.0°C
360	CF ₃	Cl	H	OCH ₃	NO ₂	114.0-115.0°C
361	CF ₃	Cl	F	H	F	nD, 1.4977 (25°C)
362	CF ₃	Br	F	H	F	nD, 1.6267 (25°C)
363	CF ₃	Cl	F	H	OC(CH ₃) ₂ CH ₂ Cl	nD, 1.5145 (25°C)
364	CF ₂ H	Cl	F	H	F	nD, 1.5218 (25°C)
365	CF ₂ H	Br	F	H	F	61.5°C
366	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH ₃	62.5-63.5°C
367	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH ₂ CH ₂ F	135.0°C
368	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OEt	136.0°C
369	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH ₂ C≡CH	72.0°C
370	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH(CH ₃)CCH	nD, 1.5450 (25°C)
371	CF ₃	H	F	NH ₂	OCH ₃	121.5-123.0°C
372	CF ₃	Br	F	NH ₂	OCH ₃	85.0-86.0°C
373	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OMe	nD, 1.5254 (25°C)
374	CF ₃	Cl	F	NH ₂	F	84.0-86.0°C
375	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OC(CH ₃) ₃	light yellow oil c.B., ЖЪЛТО МАСЛО
376	CF ₃	Cl	F	NH ₂	N(CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	nD, 1.5352 (25°C)
377	CF ₃	Cl	F	NH ₂	NEt ₂	nD, 1.5321 (25°C)
378	CF ₃	Cl	F	NH ₂	4-MORPHOLINYL морфолинил	165.0-166.0°C
379	CF ₃	Cl	F	NH ₂	N(COCH ₃)CH(CH ₃) ₂	178.0°C
380	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH ₂ CH ₂ SCH ₃	nD, 1.5591 (25°C)

~~X~~

41-21(3127)A

Table 5. Physical Data (con't).
Таблица № 5 Продолжение

Compound No.	R2	R3	R5	R6	R7	Физични данни Physical data (mp, bp, nD) (т.т., т.к., nD)
381	CF ₂ H	Cl	F	NH ₂	Or-butyl	nD, 1.5443 (25°C)
382	CF ₃	Cl	F	NH ₂	OCH ₂ CF ₃	66.0°C
383	CF ₃	Cl	F	NH ₂	NHCH ₂ CH=CH ₂	112.0°C
384	CF ₃	Cl	F	OCH ₂ C≡CH	NO ₂	142.0°C
385	CF ₃	Cl	F	OCH ₂ C≡CH	NH ₂	94.0-96.0°C
386	CF ₃	Cl	F	OCH ₂ CO ₂ Et	NO ₂	95.0-96.0°C
387	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	NO ₂	116.0°C
388	CF ₃	H	F	NO ₂	F	80.0-81.0°C
389	CF ₃	Cl	F	NO ₂	F	nD, 1.5276 (25°C)
390	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₃	115.0-116.0°C
391	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ CH ₂ F	134°C
392	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ CH ₃	99.0°C
393	CF ₃	Cl	F	NO ₂	SCH ₂ CO ₂ Et	79.0°C
394	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ C≡CH	105.0°C
395	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH(CH ₃)C≡CH	107.5-108.0°C
396	CF ₃	Br	F	NO ₂	F	45.5°C
397	CF ₃	Br	F	NO ₂	OCH ₃	144.5-145.5°C
398	CF ₃	H	F	NO ₂	OCH ₃	140.0-141.5°C
399	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OCH ₂ CH ₂ OMe	nD, 1.5188 (25°C)
400	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ CO ₂ Et	104.0°C
401	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OC(CH ₃) ₃	80.0°C
402	CF ₃	Cl	F	NO ₂	N(CH ₃)CH ₂ CH ₂ CH ₃	nD, 1.5534 (25°C)

Table 5. Physical Data (cont).
Таблица № 5 Продължение

Compound No.	R ₂	R ₃	R ₅	R ₆	R ₇	ФИЗИЧЕСКИ ДАННИ PHYSICAL DATA (mp, bp, nD) (Т., Т., nD)
403	CF ₃	Cl	F	NO ₂	NHCH(CH ₃) ₂	100.0°C
404	CF ₃	Cl	F	NO ₂	NEt ₂	nD, 1.5387 (25°C)
405	CF ₃	Cl	F	NO ₂	4-MORPHOLINYL	136.0-137.0°C
406	CF ₃	Cl	F	NO ₂	N(COCH ₃)CH(CH ₃) ₂	123.0°C
407	CF ₃	Cl	F	NO ₂	SCH(CH ₃)CO ₂ Et	nD, 1.5543 (25°C)
408	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OH	86.0°C
409	CF ₃	Cl	F	NO ₂	NHCH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	109.0°C
410	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ COCH ₂ CH ₃	103.0°C
411	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH(CH ₃)CH ₂ OCH ₃	nD, 1.5263 (25°C)
412	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	67.0°C
413	CF ₃	Cl	F	NO ₂	N(COCF ₃)CH ₂ CH ₂ OCH ₃	105.0°C
414	CF ₂ H	Cl	F	NO ₂	F	80.0°C
415	CF ₂ H	Cl	F	NO ₂	OCH ₃	161.0°C
416	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ CH ₂ SCH ₃	nD, 1.5587 (25°C)
417	CF ₂ H	Br	F	NO ₂	F	83.0-85.0°C
418	CF ₂ H	Br	F	NO ₂	OCH ₃	154.0-156.0°C
419	CF ₂ H	Cl	F	NO ₂	Or-butyl трет.-бутил	71.0-73.0°C
420	CF ₃	Cl	F	NO ₂	OCH ₂ CF ₃	108.0-109.0°C
421	CF ₃	Cl	F	NO ₂	NHCH ₂ CH=CH ₂	54.0-56.0°C
422	CF ₃	Cl	F	NO ₂	N(COCF ₃)CH ₂ CH=CH ₂	91.0°C
423	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	NH ₂	light yellow oil СВ. ЖЪЛТО МЯСТО
424	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	Cl	88.0°C

Table 5. Physical Data (cont).

Таблица № 5 Продолжение

Compound No. Съединение №	R2	R3	R5	R6	R7	Physical Data (mp, bp, nD) (Т.т., Т.к., nD)
425	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	NHCOCH ₂ CO ₂ CH ₃	111.0°C
426	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	NHCOCH(CH ₃) ₂	134.0°C
427	CF ₃	Cl	F	OCH ₃	H	97.0°C
428	CF ₃	Cl	F	OCHFCO ₂ Et	NO ₂	84.5-85.5°C
429	CF ₃	Cl	F	OH	NO ₂	m.p. 89.0-90.0°C
430	CF ₃	Cl	F	SCH ₂ CO ₂ Et	NO ₂	90.0°C
431	CF ₃	Cl	H	OCH ₂ CO ₂ Et	NO ₂	88.0°C
432	CF ₃	Cl	H	H	OCH ₃	T _K 6.8, 120.0°C
433	CF ₃	Cl	H	H	CF ₃	T _K 6.3, 80.0-120.0°C
434	CF ₃	Cl	H	F	H	35.5-36.5°C

Table 6

Соединение № /
Наименование Таблица № 6
Структура Анализ /%
Изчисл. Намерено

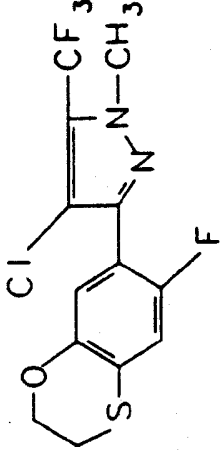
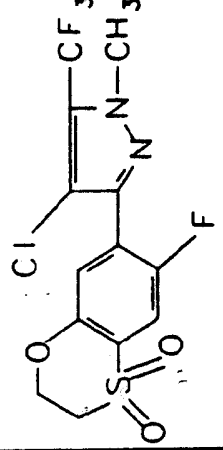
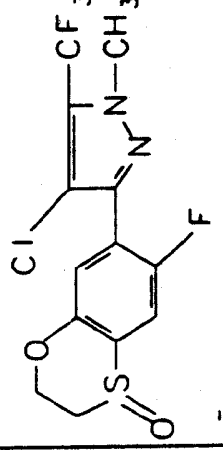
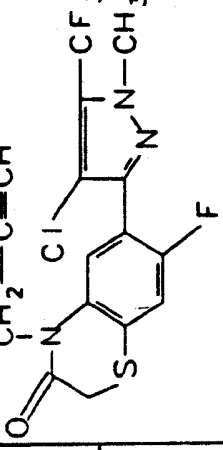
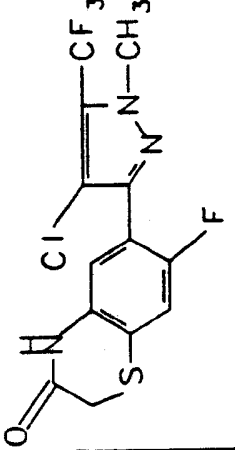
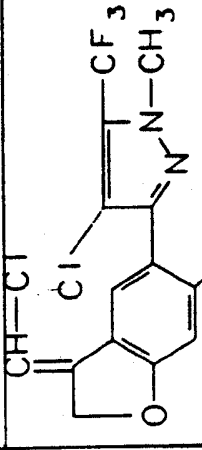
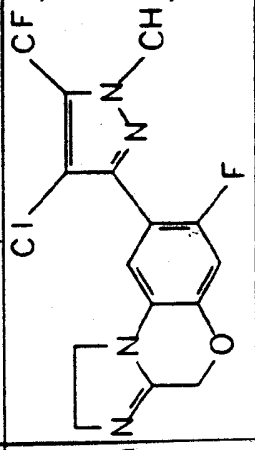
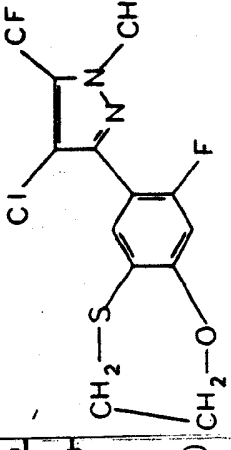
Соединение №	Наименование	Структура	Анализ /% Изчисл. Намерено
Compound #	Name	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
435	1Н-пиразол, - 4-хлор-3- /6-флуор-2,3-дихидро-1,4- бензоксатин-7-ил/-1-метил- 5-/трифлуорметил/- Т.Т. 93.0		C 44.27 44.34 H 2.57 2.57 Cl 10.05 F 21.55 N 7.94 7.98 S 9.09
436	1Н-пиразол, - 4-хлор-3- /6-флуор-2,3-дихидро-1,4- бензоксатин-7-ил/-1-метил- 5-/трифлуорметил/-, -S,S - диоксид Т.Т. 200		C 40.58 40.70 H 2.36 2.35 Cl 9.21 F 19.75 N 7.28 7.26 S 8.33
437	1Н-пиразол, - 4-хлор-3- /6-флуор-2,3-дихидро-1,4- бензоксатин-7-ил/-1-метил- 5-/трифлуорметил/-, -S -ок- сид Т.Т. 159.0		C 42.34 42.54 H 2.46 2.43 Cl 9.61 F 20.61 N 7.60 7.56 S 8.70
438	2Н-1,4-бензотиазин-3/4Н/- он, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- 3-ил1-7-флуор-4-/2-пропи- нил/- Т.Т. 174.0		C 47.59 47.69 H 2.50 2.51 Cl 8.78 F 18.82 N 10.41 10.36 S 7.94

Table 6 (continued)
 Таблица № 6 Продължение
 Анализ /%
 Изчисл. Намерено

Compound #	Name	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
439	2H-1,4-бензотиазин-3/4H/- он, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1H-пиразол- 3-ил-7-флуор- т.т. 220.0		C 42.69 42.73 H 2.20 2.19 Cl 9.69 F 20.78 N 11.49 11.40 S 8.77
440	1H-пиразол, - 4-хлор-3-13/ /хлорметилен/-6-флуор-2,3- дихидро-5-бензофуранил-1- метил-5-/трифлуорметил/- т.т. 121.0		C 45.80 45.80 H 2.20 2.36 Cl 19.31 F 20.70 N 7.63 7.62
441	1H-имидазо[2,1-c]-1,4-ди- бензоксазин, - 8-14-хлор-1- -метил-5-/трифлуорметил/- 1H-пиразол-3-ил-7-флуор- 2,4-дихидро- т.т. 118-120		C 48.08 48.54 H 2.96 3.10 Cl 9.46 F 20.28 N 14.95
442	1H-пиразол, - 4-хлор-3-/7- флуор-2,3-дихидро-1,4-бенз- оксагин-6-ил/-1-метил-5- /трифлуорметил/- т.т. 125.0		C 44.27 44.30 H 2.57 2.52 Cl 10.05 F 21.55 N 7.94 7.93 S 9.09

Структура

Анализ /%
Изчисл. Намерено

Table 6 (continued)

Таблица № 6 Продължение

Съединение № Наименование Структура Изчисл. Намерено Анализ %/

Compound	Name	Structure	Analysis (%)
			Calc'd Found
443	4Н-1,4-бензоксазин-4-оцетна киселина, - 6-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил І-7-флуор-2-метил-3-оксо-, етилов естер вискозно масло		C 48.07 48.04 H 3.59 3.32 Cl 7.88 F 16.90 N 9.34 9.62
444	1Н-изоиндол-1, - 3-І2Н/-дион, 2-І5-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил І-4,5,6,7-тетрахидро-		C 51.19 52.29 H 2.94 3.30 Cl 7.95 F 21.31 N 9.43 9.14
445	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/-он, 6-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил І-4-етил-7-флуор-		C 47.70 47.51 H 3.20 3.22 Cl 9.39 F 20.12 N 11.12
446	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/-он, 6-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил І-7-флуор-4- / 2-пропилнил / -		C 49.56 49.58 H 2.60 2.62 Cl 9.14 F 19.60 N 10.84 10.85

Т.Т. 142-143

Table 6 (continued)
 Таблица № 6 Продължение
 Съединение / Именование / Структура / Анализ / % /
 Изчисл. Намерено

Compound	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
447 4Н-1,4-бензоксазин-4-ацетонитрил, - 6-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-2,3-дихидро-3-оксо- Т.Т. 162-163		C 46.35 46.03 H 2.33 2.34 Cl 9.12 F 19.55 N 14.41
448 4Н-1,4-бензоксазин-4-ацетамид, - 6-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-2,3-дихидро-1Н-метил-3-оксо- Т.Т. 223-225		C 45.67 45.75 H 3.11 3.10 Cl 8.43 F 18.06 N 13.32
449 4Н-1,4-бензоксазин-4-оцетна киселина, - 6-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-2,3-дихидро-3-оксо-, - 1,1-диметилетил ов естер Т.Т. 161-162		C 49.20 49.45 H 3.91 4.06 Cl 7.04 F 16.39 N 9.06
450 4Н-1,4-бензоксазин-4-оцетна киселина, - 6-І4-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-3-оксо-, - 1-метилетил ов естер Т.Т. 176-177		C 48.07 48.25 H 3.59 3.70 Cl 7.88 F 16.90 N 9.34 9.30

Table 6 (continued)
Таблица № 6 Продължение
Съединение / Именование / Структура / Анализ / % / Изчисл. Намерено

Compound	Именование	Структура	Analysis (%) Calc'd Found
451	4Н-1,4-бензоксазин-4-оцетна киселина, - 6-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил-1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-2,3-дихидро-3-оксо-, - етилов естер Т.Т. 131-133		C 46.86 47.00 H 3.24 3.24 Cl 8.14 F 17.44 N 9.64
452	4Н-1,4-бензоксазин-4-ацетамид, - 6-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил-1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-2,3-дихидро-3-оксо- Т.Т. 215-217		C 44.30 44.34 H 2.73 2.73 Cl 8.72 F 18.69 N 13.78
453	2Н-1,4-бензоксазин-4-оцетна киселина, - 6-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил-1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-3,4-дихидро-3-оксо- Т.Т. 194-196		C 44.19 44.13 H 2.47 2.33 Cl 8.70 F 18.64 N 10.31
454	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/-он, - 6-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил-1Н-пиразол-3-ил-7-флуор-4-1/тетрахидро-2Н-пиранин-2-ил/-метил-1- Т.Т. 133-135		C 50.96 51.23 H 4.05 4.16 Cl 7.92 F 16.97 N 9.38

Table 6 (continued)
Таблица № 6 Продължение

Съединение	Наименование	Структура	Изчисл. Намерено Analysis (%)	Анализ /%/ Calc'd Found
455	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- он, - 6-І4-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- 3-ил І-7-флуор-4-/1,3-диок- солан-2-илметил/- т.т. 150.5-151.5		C 46.86 H 3.24 Cl 8.14 F 17.44 N 9.64	46.81 3.24 8.14 17.44 9.56
456	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- он, - 6-І4-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- 3-ил І-7-флуор-4-/2-пропенил т.т. 84-86		C 49.31 H 3.10 Cl 9.10 F 19.50 N 10.78	49.27 3.08 9.10 19.50 10.78
457	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- он, - 6-І4-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- 3-ил І-4-І2-/1,3-диоксан- 2-ил/-етил І-7-флуор- т.т. 125.5-127.5		C 49.20 H 3.91 Cl 7.64 F 16.39 N 9.06	49.44 3.97 7.64 16.39 8.80
458	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- он, - 6-І4-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- 3-ил І-7-флуор-4-/2-меток- сиетил/- т.т. 91.5-92.5		C 47.13 H 3.46 Cl 8.69 F 18.64 N 10.31	47.27 3.51 8.69 18.64 10.31

Table 6 (continued)

Таблица № 6 Продължение

Стеленициелъ: Наименование: Структура: Анализ /%/
Изчисл. Намерено

Compound #	Name	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
459	2H-1,4-бензоксазин-3/4H/- он, - 6-14-хлор-1-метил-5- трифлуорметил/-1H-пиразол- 3-ил1-7-флуор-4-/2-пиридин- илметил/- Т. Т. 137-139		C 51.77 51.50 H 2.97 2.99 Cl 8.04 F 17.24 N 12.71 12.57
460	2H-1,4-бензоксазин-3/4H/- он, - 6-14-хлор-1-метил-5- трифлуорметил/-1H-пиразол- 3-ил1-7-флуор-4-/метокси- метил/- Т. Т. 156.5-157.5		C 45.76 45.93 H 3.07 3.21 Cl 9.00 F 19.30 N 10.67
461	2H-1,4-бензоксазин-3/4H/- он, - 6-14-хлор-1-метил-5- трифлуорметил/-1H-пиразол- 3-ил1-7-флуор-4-метил/- Т. Т. 140.5-141.5		C 46.23 46.24 H 2.77 2.71 Cl 9.75 F 20.90 N 11.55 11.68
462	2H-1,4-бензоксазин-3/4H/- он, - 6-14-хлор-1-метил-5- трифлуорметил/-1H-пиразол- 3-ил1- Т. Т. 216.0		C 47.08 47.04 H 2.74 2.75 Cl 10.69 F 17.18 N 12.67 12.66

Таблица № 6 Продължение
Table 6 (continued)

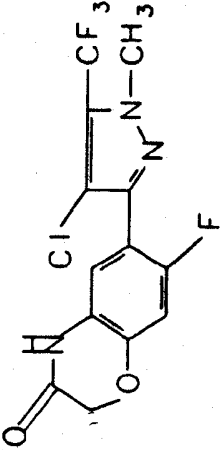
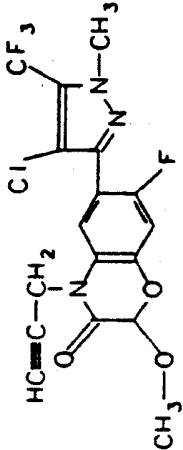
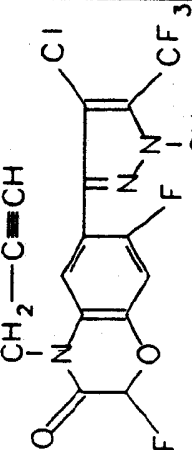
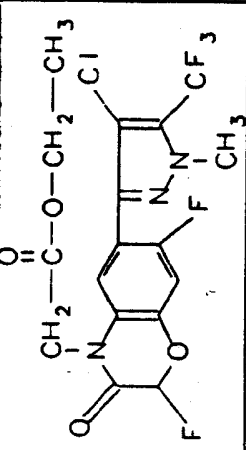
Съединение / Compound /	Наименование Name	Структура Structure	Изчисл. Намерено Analysis (%) Calc'd Found
463	2Н-1,1-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- -3-ил1-7-флуор- Т.Т. 207.0		C 44.65 44.66 H 2.31 2.31 Cl 10.14 F 21.73 N 12.02 11.97
464	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- 3-ил1-7-флуор-2-метокси-4- /2-пропил/- Т.Т. 101-103.0		C 46.86 48.95 H 2.90 3.00 Cl 6.49 F 18.19 N 10.06
465	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол- -3-ил1-2,7-дифлуор-4-/2- пропил/- Т.Т. 114-116.0		C 47.37 47.55 H 2.24 2.45 Cl 8.74 F 23.42 N 10.36
466	4Н-1,4-бензоксазин -4-оцет- на киселина, - 6-14-хлор-1- метил-5-/трифлуорметил/-1Н- пиразол-3-ил1-2,7-дифлуор- 3-оксо-, - етилов естер Т.Т. 114.5-116		C 45.00 45.00 H 2.89 2.81 Cl 7.81 F 20.94 N 9.26

Table 6 (continued)
Таблица 6 Продължение

Съединение / Compound #	Наименование / Name	Структура / Structure	Изчисл. Намерено / Analysis (%) Calc'd Found
467	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- -трифлуорометил/-1Н-пира- зол-3-ил1-2,7-дифлуор- Т.Т. 186.5-187.5		C 42.47 42.61 H 1.92 2.13 Cl 9.64 F 25.84 N 11.43
468	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорометил/-1Н-пиразол- -3-ил1-7-флуор-2-метил-4- /2-пропинил/- Т.Т. 150.0-151.0		C 50.82 50.76 H 3.01 3.02 Cl 8.82 F 18.92 N 10.46
469	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорометил/-1Н-пира- зол-3-ил1-7-флуор-2-метил- Т.Т. 187.0-189.0		C 46.23 46.43 H 2.77 2.80 Cl 9.75 F 20.90 N 11.55
470	пропанова киселина, - 2- 14-14-хлор-1-метил-5-/три- флуорометил/-1Н-пиразол-3- ил1-5-флуор-2-нитрофенок- /сил-, - етилов естер Т.Т. 136.0-138.0		C 43.70 43.81 H 3.21 3.22 Cl 8.06 F 17.28 N 9.56

Table 6 (continued)
Таблица № 6 Продължение

Съединение № Наименование Структура Изчисл. Намерено Анализ /%

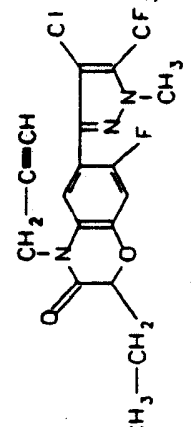
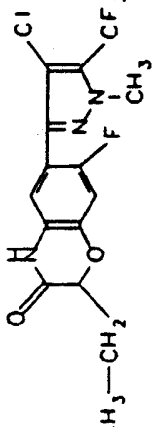
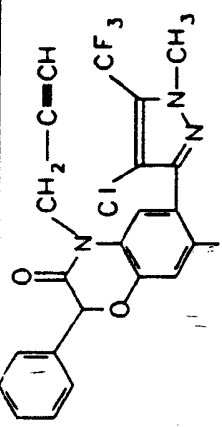
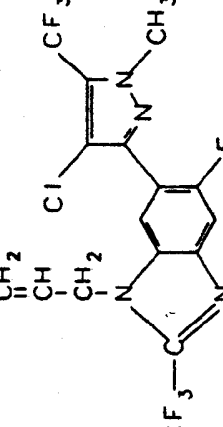
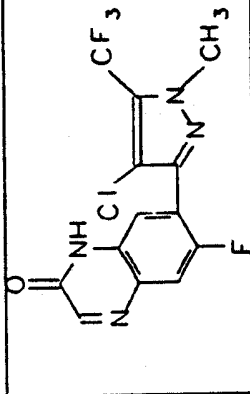
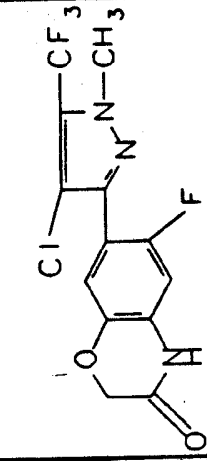
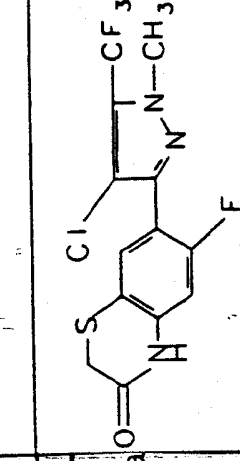
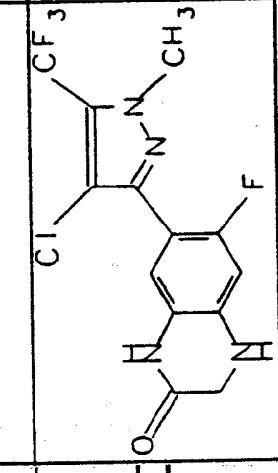
Compound #	Name	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
471	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол -3-ил-2-етил-7-флуор-4- /2-пропинил/- Т.Т. 126.5-127.5		C 52.00 52.00 H 3.39 3.38 Cl 8.53 F 18.28 N 10.11
472	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол -3-ил-2-етил-7-флуор- Т.Т. 191.0-192.0		C 47.70 47.75 H 3.20, 3.18 Cl 9.39 F 20.12 N 11.12
473	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н/- ОН, - 6-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1Н-пиразол -3-ил-7-флуор-2-фенил-4- /2-пропинил/- Т.Т. 146.0-147.0		C 56.97 56.77 H 3.04 3.07 Cl 7.64 F 16.39 N 9.06
474	1Н-бензимидазол, - 6-14- хлор-1-метил-5- /трифлуор- метил/-1Н-пиразол-3-ил-1-5- флуор-1- /2-пропенил/-2- /трифлуорметил/- Т.Т. 96.0		C 45.03 44.99 H 2.36 2.27 Cl 8.31 F 31.17 N 13.13 13.18

Table 6 (continued)
Таблица № 6 Продължение

Съединение №	Наименование	Структура	Анализ /%/ Изчисл. Намерено
Compound #	Name	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
475	2/1H/-хиноксалинон, - 7- 14-хлор-1-метил-5-/трифлу- орметил/-1H-пиразол-3-ил-1- 6-флуор- Т.Т. 250.0		C 45.04 45.10 H 2.04 2.04 Cl 10.23 F 21.92 N 16.16 16.16
476	2H-1,4-бензоксазин-3/4H/- он, - 7-14-хлор-1-метил-5- /трифлуорметил/-1H-пиразол -3-ил-1-6-флуор- Т.Т. 242.0		C 44.65 44.61 H 2.31 2.27 Cl 10.14 F 21.73 N 12.02 11.99
477	2H-1,4-бензотиазин-3/4H/- он, - 7-14-хлор-1-метил- 5-/трифлуорметил/-1H-пир- азол-3-ил-1-6-флуор- Т.Т. 225.0		C 42.69 42.73 H 2.20 2.23 Cl 9.69 F 20.76 N 11.49 11.40 S 8.77 8.79
478	2/1H/хиноксалинон, - 7- 14-хлор-1-метил-5-/три- флуорметил/-1H-пиразол-3- ил-1-6-флуор-3,4-дихидро- Т.Т. 240.0		C 44.78 44.76 H 2.60 2.59 Cl 10.17 F 21.80 N 16.07 16.06

Съединение / Compound # Наименование / Name Структура / Structure Изчисл. Намерено / Calc'd Found Анализ / %

479	2Н-1,4-бензоксазин-3/4Н-он, - 7-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-6-флуор-4-/2-пропинил/- Т.т. 184.0		C 49.56 49.48 H 2.60 2.56 Cl 9.14 F 19.60 N 10.84 10.95
480	1Н-бензимидазол, - 5-14-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-6-флуор-1-/2-пропенил/-2-/трифлуорметил/- nD 1.5186 /25°C/		C 45.03 45.08 H 2.36 2.25 Cl 8.31 F 31.17 N 13.13 13.20
481	1Н-пиразол, - 4-хлор-3-13-/хлорметилен/-5-флуор-2,3-дихидро-6-бензофуран-ил-1-1-метил-5-/трифлуорметил/- / / /- Т.т. 140.5-142.5		C 45.80 45.64 H 2.20 2.22 Cl 19.31 F 20.70 N 7.63 7.60
482	1Н-пиразол, - 4-хлор-3-13-/хлорметилен/-5-флуор-2,3-дихидро-6-бензофуран-ил-1-1-метил-5-/трифлуорметил/- /Е/- Т.т. 132.0-135.0		C 45.80 45.71 H 2.20 2.23 Cl 19.31 F 20.70 N 7.63 7.63

Table 6 (continued)

Таблица № 6 Продължение

Съединение / Compound #	Наименование / Name	Структура / Structure	Изчисл. Намерено / Analysis (%)	Анализ % / Calc'd Found
483	Фенол, - 2,4,6-трихлор-3- 14-хлор-1-метил-5-/трифлу- орметил/-1Н-пиразол-3-ил-1-, - Полухидрат Т.т. 122.5		C 34.77 33.87 H 1.33 1.46 Cl 37.32 F 15.00 N 7.37 7.14	
484	1Н-пиразол-1-оцетна кисели- на, - 4-хлор-5-/4-хлор-2- флуор-5-метоксифенил/-3- /трифлуорметил/-, - метилов естер прозрачно стъкло /т.к. 0.065 130-150°C/+		C 41.92 42.01 H 2.51 2.50 Cl 17.68 F 18.95 N 6.98 6.98	
485	1Н-пиразол, - 3,3'-идитио- ди/ 4-хлор-6-флуор-1,3-фе- нилен/-1-ди(4-хлор-1-метил 5-/трифлуорметил/- Т.т. 169.0		C 38.39 38.61 H 1.46 1.55 Cl 20.60 F 22.08 N 8.14 8.06 S 9.32 9.24	
486	2/5Н/-фуранон, - 3-12-хлор- 5-14-хлор-1-метил-5-/три- флуорметил/-1Н-пиразол-3- ил-1-4-флуорфеноксигидрид- ро- nD 1.5352 /25°C/		C 43.61 43.58 H 2.44 2.46 Cl 17.16 F 18.39 N 6.78 6.68	

* Bulb-to-bulb distillation
/дестилация без силно кипене /

Table 6 (continued)

Таблица № 6 Продължение

Стъпанине № Наименование Структура Изчисл. Намерено Анализ /% /

Compound #	Name	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
487	бензолпропаннитрил - 2-хлор-2-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-1-4-флуорфенил-5-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-1-4-флуор-т.т. 130-134.0		C 44.34 44.41 H 1.93 2.01 Cl 20.94 F 22.44 N 10.34 10.36
488	оксазолидин, - 2-12-хлор-5-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-1-4-флуорфенил-4,4-диметил-т.т. 106.0		C 46.85 46.71 H 3.19 3.24 Cl 17.29 F 18.53 N 10.24 10.23
489	1Н-пиразол, - 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-метоксифенил/-1-/1-метилетил/-5-/трифлуорметил/- nD 1.5192 /24°C/		C 45.30 45.19 H 3.26 3.27 Cl 19.10 F 20.48 N 7.55 7.49
490	1Н-пиразол, - 4-хлор-3-14-хлор-2-флуор-5-14-метоксифенил/-1,3-диоксолан-2-ил-1-фенил-1-1-метил-5-трифлуорметил/- nD 1.5218 /25°C/		C 44.77 44.75 H 3.29 3.32 Cl 16.52 F 17.71 N 6.53 6.50

Table 6 (continued)
Таблица № 6 Продължение

Съединение / Compound #	Наименование / Name	Структура / Structure	Изчислено / Calculated Analysis (%)	Анализ / Analysis (%)
491	ацетамид, - N-14-14-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-5-флуор-2-нитрофенил-2,2,2-трифлуор-N-2-пропенил- n _D 1.5143 / 25°C /		C 40.48 H 2.12 Cl 7.47 F 28.02 N 11.80	40.71 2.13 7.47 28.02 11.70
492	бензоламин, - 4-14-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-5-флуор-2-нитро-N-2-пропенил- Т.Т. 99.0		C 44.40 H 2.93 Cl 9.36 F 20.07 N 14.79	44.53 2.97 9.36 20.07 14.76
493	глицин, - N-14-14-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-5-флуор-2-нитрофенил-, - метилов естер Т.Т. 176.0		C 40.94 H 2.70 Cl 8.63 F 18.50 N 13.64	40.96 2.75 8.63 18.50 13.74
494	маслена киселина, - 2-14-14-хлор-1-метил-5- / трифлуорметил / - 1Н-пиразол-3-ил-5-флуор-2-нитрофенил-, - етилов естер Т.Т. 117-118		C 45.00 H 3.55 Cl 7.81 F 16.75 N 9.26	44.96 3.48 7.81 16.75 9.26

Table 6 (continued)
Таблица № 6 Продължение

Съединение № Наименование Структура Изчисл. Намерено Анализ /%/
% /

Compound #	Name	Structure	Analysis (%) Calc'd Found
495	оцетна киселина, - 14-14-хлор-1-метил-5-трифлуор-метил/-1Н-пиразол-3-ил-1-5-флуор-2-нитрофеноксид-метокси-, - метилов естер Т.т. 113.5-114.5		C 40.79 40.93 H 2.74 2.73 Cl 8.03 F 17.21 N 9.51
496	фенилоцетна киселина, - алфа-14-14-хлор-1-метил-5-трифлуорметил/-1Н-пиразол-3-ил-1-5-флуор-2-нитрофеноксид-, - метилов естер Т.т. 160-161.0		C 49.25 49.16 H 2.89 2.88 Cl 7.27 F 15.58 N 8.61
497	1Н-пиразол, - 4-хлор-3-12-флуор-4-12-/метилтио/-етокси-1-5-нитрофенил-1-метил-5-/трифлуорметил/- Т.т. 69.0		C 40.64 40.45 H 2.92 2.87 Cl 8.57 F 18.37 N 10.16 10.16 S 7.75
498	оцетна киселина, - 14-14-хлор-1-метил-5-трифлуор-метил/-1Н-пиразол-3-ил-1-5-флуор-2-нитрофеноксид-, - бутилов естер Т.т. 65.0		C 45.00 44.97 H 3.55 3.56 Cl 7.81 F 16.75 N 9.26 9.29

Table 6 (continued)
 Таблица № 6 Продължение
 Анализ /%/
 Изчисл. Намерено

Съединение №	Наименование	Структура	Анализ (%) Calc'd Found
499	1Н-пиразол, - 4-хлор-3-/2, 4-диметокси-5-нитрофенил/- 1-метил-5-/трифлуорметил/- Т.т. 158.0		C 42.70 42.77 H 3.03 3.04 Cl 9.69 F 15.59 N 11.49 11.50
500	циклопропанкарбоксамид, - 1-бром-1-12-хлор-5-14-хлор -1-метил-5-/трифлуорметил/- 1Н-пиразол-3-ил 1-4-флуорфе- нил 1- Т.т. 80-94.0		C 37.92 38.41 H 2.12 2.26 Br 16.82 Cl 14.93 F 16.00 N 8.85 8.80
501	1Н-пиразол, - 4-хлор-1- /хлорметил/-3-/2,4-дифлу- орфенил/-5-/трифлуорметил/ nD 1.5096 /25C/		C 39.91 40.03 H 1.52 1.50 Cl 21.42 F 28.69 N 8.46 8.49

ОПИТИ ПРЕДИ ПОНИКВАНЕ ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ НА ХЕРБИЦИДНА АКТИВНОСТ

Както бе отбелязано по-горе, съединенията, съгласно изобретението, са изненадващо ефективни като хербициди.

Опитите за установяване на хербицидната активност преди поникване се провеждат по следния начин:

Горен слой от почва се поставя в плитък алуминиев съд и се уплътнява, докато височината на слоя почва достигне от 0.95 до 1.27 см от горния ръб на съда. Върху почвата се поставят предварително определен брой семена от всеки от няколкото едносемеделни или двусемеделни едногодишни растителни видове и/или вегетативни процагули /надънки/ от различни многогодишни растителни видове. Определено количество активен ингредиент се разтваря или суспендира в органичен разтворител, като например, вода, като носител и ацетон, или след това се прилага, директно към лехата със семена. Последната, след това се покрива със слой от нетретирана почва, докато почвата запълни съда. След тази обработка, съдовете се пренасят в оранжерия, където се поставят върху поставки и се напояват отдоку с необходимото количество влага за поникване и развитие./растех/.

Приблизително от 10 до 14 дни /обикновено 11 дни/ след засяването и обработването на почвата, съдовете се наблюдават и се отчитат резултатите, като % инхибиране.

Таблицы 7 и 7A, по-долу, обобщават резултатите от опитите за хербицидна активност на съединенията, съгласно изобретението, проведени преди поникване, в плевели. Хербицидната оценка е представена в тези таблици чрез % инхибиране на всеки растителен вид. Като растителни видове, обикновено, се считат /имат пред вид/ плевели, които се използват в една серия от опити, резултатите от които са показани в таблиците. Тези плевели са идентифицирани чрез буквените надписи над всяка колона, съобразно следната легенда:

Yema - *Cyperus esculentus*
Anbg - *Fus caryn*
Sejg - *Scaphium halapense*
Fehr - *Scirpus tectorum*
Ejgr - *Scirpus atrovirens*
Nagl - *Scirpus purpureus*
Caba - *Scirpus pennsylvanicus*
Vale - *Scirpus theophrasti*
Zann - *Scirpus setosus*
Wibe - *Scirpus setosus*

Както се вижда от таблиците, по-долу, символът "С" означава 100%-ен контрол, а символът "Н" показва, че растенията са засадени, но по една или друга причина няма данни за тях. Съединения от 1 до 61 са междинни и не се срещат в таблици 7 и 8, по-нататък.

Таблица 7
Опити преди покъпане
% изхибране на равновешето

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e	n	e	o	y	o	o	e	n	i
		n	b	j	b	g	g	b	i	m	b
62	11.21	0	0	30	0	20	30	0	60	20	20
63	11.21	0	C	C	C	C	C	60	C	C	C
64	11.21	10	90	80	90	80	80	10	C	C	C
65) 11.21	0	70	70	0	30	20	0	90	N	80
66	11.21	0	50	90	60	10	C	20	90	50	90
67	11.21	0	40	40	40	0	90	0	80	50	90
68	* 11.21	30	0	10	0	10	30	0	40	0	N
69	11.21	0	0	0	0	0	30	0	50	0	0
70	11.21	0	40	80	20	40	80	20	90	80	80
71	11.21	0	90	40	10	0	30	0	60	30	70
72	11.21	0	20	60	20	60	40	20	90	90	90
73	11.21	0	0	0	0	0	0	0	50	20	0
74	1.12	0	10	60	20	20	50	0	90	90	C
75	11.21	20	0	50	20	20	90	10	80	30	50
76	1.12	0	10	0	10	0	40	20	50	60	C
77	11.21	0	80	40	10	30	0	0	30	30	20
78	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
79	11.21	20	90	80	80	80	C	30	C	C	C
80	11.21	0	90	80	70	70	60	60	C	80	90
81) 11.21	0	60	90	80	60	30	20	90	20	C
82	11.21	30	60	C	C	C	C	40	C	80	C
83	11.21	20	40	C	90	60	30	40	90	60	90
84	11.21	30	C	C	C	C	90	80	C	C	C
85	11.21	0	C	C	C	C	C	40	C	C	C
86	11.21	0	0	0	0	0	20	10	90	30	C
87	11.21	10	10	30	20	40	70	10	90	70	90
88	11.21	10	20	30	10	10	10	20	80	20	C
90	11.21	0	10	50	10	10	10	0	20	10	30

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди помилване
% инхибиране на растежето

съедин. №	разход на нарва кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
91	1.12	0	0	0	0	0	90	20	C	90	70
92	1.12	0	0	0	0	0	80	20	90	20	80
94	1.12	20	C	C	C	C	90	60	C	C	C
95	1.12	20	30	50	20	50	40	20	90	80	C
96	1.12	20	C	90	C	80	C	60	C	C	C
97	1.12	20	80	50	80	50	40	90	C	90	C
99	11.21	30	80	90	C	90	90	80	C	C	C
100	1.12	0	90	90	C	70	80	20	C	C	C
101	1.12	0	70	80	80	40	80	30	C	C	90
102	1.12	20	60	90	80	80	C	30	C	C	C
103	1.12	0	20	40	70	20	60	0	50	40	C
104	1.12	0	20	80	80	10	80	20	90	80	70
105	1.12	20	0	60	40	70	80	10	90	80	80
106	1.12	0	30	80	80	80	60	20	80	90	C
107	1.12	0	20	40	30	80	C	20	90	80	80
108	11.21	20	50	90	C	C	90	80	C	C	C
109	1.12	0	20	80	20	90	70	30	90	90	C
110	1.12	0	0	0	0	20	70	50	C	80	70
111	11.21	60	80	80	70	40	C	90	C	C	C
112	11.21	80	C	90	20	C	C	40	C	C	90
113	11.21	0	10	30	0	80	30	0	80	80	40
114	11.21	90	C	90	60	C	C	70	C	C	C
115	1.12	0	40	70	70	80	80	20	C	C	90
116	1.12	0	90	90	80	90	90	50	C	90	C
117	1.12	0	C	70	90	C	90	70	C	C	C
118	1.12	0	C	90	C	90	C	80	90	C	C
119	11.21	70	10	80	80	C	C	C	C	C	C
120	1.12	10	70	80	70	80	80	30	C	90	C

Таблица 7 (Продължение)

**Опити преди покълване
% инхибиране на растението**

сѐдин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
121	11.21	70	C	80	70	C	C	60	C	C	C
122	1.12	0	20	40	20	80	80	40	C	C	70
123	1.12	30	0	40	70	30	C	50	C	80	90
124	11.21	20	C	C	C	C	C	C	C	C	C
125	1.12	0	C	C	90	C	90	30	C	C	C
126	1.12	0	C	C	C	C	C	50	C	C	C
127	1.12	0	0	20	0	30	70	20	C	90	C
128	1.12	0	0	30	0	0	80	70	C	70	C
129	1.12	0	0	60	40	20	C	90	C	90	C
130	1.12	20	0	70	30	30	C	90	C	C	90
131	1.12	20	0	70	30	40	C	80	C	90	C
132	11.21	30	60	70	80	90	C	70	C	90	C
133	1.12	20	20	80	0	80	70	40	C	C	70
134	1.12	0	50	40	70	10	20	30	70	60	90
135	1.12	0	C	C	C	C	90	90	C	C	C
137	1.12	20	70	50	80	70	C	C	C	C	90
138	1.12	20	40	30	90	50	C	C	C	C	C
142	1.12	0	10	20	70	40	C	60	C	90	50
143	1.12	10	10	40	20	20	90	80	C	C	C
144	1.12	10	10	20	10	30	80	C	C	80	70
145	1.12	60	0	30	20	30	C	70	C	C	70
146	1.12	20	C	C	C	C	C	90	C	C	C
147	1.12	30	0	40	10	40	80	20	C	80	70
148	1.12	0	70	50	80	90	C	90	C	C	C
149	1.12	20	0	20	0	20	90	30	C	70	80
150	1.12	0	70	90	80	60	40	60	90	80	C
151	1.12	0	C	C	C	90	70	90	90	90	C
152	1.12	0	70	20	70	60	90	20	C	90	90

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покъпане
% инхибиране на разклоняването

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
153	1.12	30	C	C	50	C	90	10	C	C	90
154	1.12	30	10	C	10	90	C	C	C	C	C
155	1.12	0	90	90	30	80	90	70	C	C	C
156	1.12	20	20	C	20	90	C	80	C	C	90
157	1.12	50	C	90	80	C	C	80	C	C	C
158	1.12	10	30	80	70	80	C	50	C	C	90
159	(11.21	C	90	C	90	C	C	C	C	C	C
160	1.12	0	20	80	50	30	30	40	40	20	90
161	11.21	60	40	90	80	C	C	C	C	C	C
162	1.12	20	80	C	90	70	80	70	90	80	C
163	11.21	50	C	C	C	C	C	C	C	C	C
164	+ 11.21	10	70	80	C	20	C	40	C	C	C
165	11.21	40	C	C	C	C	C	C	C	C	C
166	1.12	30	70	80	80	40	50	50	90	90	C
167	② 11.21	0	50	80	C	70	50	40	90	C	C
168	11.21	0	0	0	0	0	30	30	80	30	C
169	1.12	0	20	80	C	50	40	30	70	80	90
170	② 11.21	0	30	90	C	80	C	40	C	C	C
171	11.21	20	40	80	50	90	60	40	C	70	80
172	1.12	20	30	0	0	20	0	0	30	80	80
173	1.12	20	C	60	90	70	60	30	80	80	80
174	1.12	0	30	80	60	50	70	30	90	90	90
175	11.21	0	80	20	40	70	80	10	80	10	90
176	11.21	20	C	C	C	90	C	80	C	C	C
177	11.21	20	C	90	90	C	C	90	C	C	C
179	1.12	0	70	90	90	70	80	80	90	C	C
180	1.12	0	0	0	40	30	90	80	C	90	C
181	11.21	30	C	80	C	90	C	C	C	C	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покълване
% инхибиране на растежа

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W	
		e n n	p b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b	
182	11.21	90	C	C	C	C	C	C	C	C	C	
183	+	1.12	0	50	80	90	20	70	70	90	90	C
184		11.21	0	20	0	20	30	C	60	C	C	C
185		11.21	20	C	80	C	C	C	C	C	C	C
186		1.12	0	40	50	C	20	80	70	C	80	C
187	+	1.12	0	30	70	50	20	40	40	80	C	C
188		11.21	20	60	80	70	80	C	80	C	80	C
189		1.12	0	0	0	10	0	50	30	80	80	80
190		1.12	0	20	20	10	10	C	30	C	90	C
191		11.21	0	0	20	30	70	70	40	C	80	C
192		11.21	0	C	90	C	90	90	90	C	C	C
193		11.21	50	C	50	60	40	C	C	C	C	C
194		1.12	20	0	30	20	0	80	30	90	60	80
195		1.12	0	0	20	20	50	C	90	C	80	30
		1.12	0	N	0	N	0	0	0	N	N	N
196		1.12	50	0	0	20	60	80	50	C	C	70
197		11.21	0	0	30	30	80	60	80	C	C	C
199		1.12	0	0	20	20	20	70	40	C	80	60
200		1.12	0	0	0	0	30	C	80	C	90	60
201		1.12	0	0	20	0	30	70	70	C	80	30
202		1.12	0	0	20	20	20	60	50	60	70	80
204		1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
206		11.21	0	0	20	0	10	20	20	0	20	40
207	⊖	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
208		1.12	30	50	80	C	60	60	80	80	70	C
209		1.12	0	0	0	0	20	20	0	20	0	0
210		1.12	20	20	80	70	40	80	30	80	80	C
211		1.12	10	80	C	C	C	C	80	C	C	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди помидване
% инхибиране на растежето

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	p b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
212	1.12	20	30	50	80	70	80	70	C	C	90
213	1.12	20	90	50	90	C	60	50	C	C	80
214	1.12	30	80	70	70	90	80	50	C	C	C
215	1.12	0	60	40	20	80	80	30	C	C	90
216	1.12	30	C	C	C	90	C	80	C	C	C
217	1.12	20	C	C	C	C	C	80	C	C	C
218	1.12	0	50	40	70	80	C	70	C	C	C
219	1.12	30	60	50	60	70	90	90	C	C	70
220	1.12	50	70	60	70	70	80	90	90	90	60
221	1.12	30	30	50	50	20	80	80	80	C	30
222	1.12	40	80	30	60	80	70	80	C	C	C
223	1.12	40	60	50	60	60	80	90	C	90	40
224	1.12	0	40	70	80	70	60	C	C	50	C
	1.12	0	N	N	N	0	0	0	N	N	N
225	1.12	30	90	60	80	60	50	80	C	C	60
226	1.12	30	20	40	50	50	80	90	90	C	50
227	1.12	30	50	50	40	70	80	90	C	C	60
228	1.12	20	60	50	80	50	80	C	90	C	60
229	1.12	60	C	C	C	90	C	90	C	C	C
230	1.12	20	60	80	60	90	90	60	C	C	C
231	1.12	0	20	40	50	30	0	40	40	20	20
232	1.12	40	C	80	70	90	C	30	C	C	C
233	1.12	30	80	70	50	90	90	30	C	C	C
234	1.12	20	40	50	30	40	70	30	C	C	90
235	1.12	30	90	70	30	C	C	30	C	C	C
236	1.12	30	90	90	C	50	C	C	C	C	C
237	1.12	60	90	90	80	C	C	40	C	C	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покълване
% изхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
238	1.12	50	10	20	20	20	70	C	C	C	80
	1.12	40	10	10	0	0	80	C	C	C	70
239	1.12	30	30	50	50	30	80	90	C	C	30
240	1.12	0	80	90	C	80	C	90	C	C	C
241	1.12	20	C	60	90	60	50	50	C	70	80
242	1.12	30	90	30	90	40	80	60	C	C	80
243	1.12	20	80	30	60	30	60	70	C	90	60
244	1.12	30	0	10	50	0	0	0	20	0	10
245	1.12	0	60	60	30	80	80	30	90	C	C
246	1.12	0	90	80	C	70	80	90	90	C	C
247	1.12	30	20	50	20	50	C	70	C	90	80
248	1.12	30	30	20	0	40	90	50	C	90	90
249	1.12	60	C	90	80	C	C	50	C	C	C
250	1.12	0	30	60	90	80	90	10	C	70	C
253	1.12	20	30	60	40	80	90	20	90	90	90
254	1.12	0	80	70	80	70	20	30	C	70	C
255	1.12	0	0	30	40	0	90	60	90	90	80
256	1.12	0	60	60	40	80	80	40	C	C	C
257	1.12	0	10	20	20	0	70	30	90	80	80
258	1.12	0	20	40	10	20	80	C	80	C	70
259	1.12	0	0	0	0	0	60	N	30	20	0
260	1.12	0	20	30	C	20	30	30	40	50	80
261	11.21	30	C	C	C	C	C	C	C	C	C
262	1.12	40	C	C	C	C	C	80	C	C	C
263	1.12	0	C	C	C	C	C	C	C	C	C
264	1.12	30	60	70	C	80	C	70	C	90	C
265	1.12	0	90	80	90	20	20	20	70	60	C
266	1.12	30	70	50	C	90	70	40	40	80	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покъждане
% инхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
267	1.12	30	60	90	90	70	70	70	90	80	C
268	1.12	0	40	60	C	60	70	60	90	80	C
269	1.12	20	C	C	C	90	90	60	C	C	C
270	1.12	30	70	70	C	90	C	60	C	C	C
271	1.12	30	50	80	80	80	80	70	80	80	C
272	1.12	40	20	80	70	90	C	70	C	C	C
273	1.12	20	80	70	60	C	C	40	C	C	C
274	1.12	0	20	40	20	80	80	0	C	C	60
275	1.12	20	20	40	20	80	C	70	C	C	C
276	1.12	20	C	C	C	C	C	80	C	C	C
277	1.12	20	C	C	C	C	90	50	C	C	C
278	1.12	20	C	90	C	90	C	70	C	C	C
279	11.21	C	90	C	C	90	C	C	C	C	C
280	11.21	90	50	80	40	80	C	C	C	90	C
281	1.12	0	0	0	0	0	40	80	70	20	50
282	1.12	40	20	30	20	20	90	30	C	30	90
283	1.12	40	20	20	0	0	C	C	C	70	70
286	1.12	0	0	20	20	50	C	C	C	0	80
290	1.12	80	30	30	20	20	C	C	C	40	90
291	1.12	30	30	40	20	20	C	C	C	40	C
292	1.12	40	20	40	20	20	C	40	80	30	80
293	1.12	20	0	20	0	20	C	80	C	0	70
294	+ 1.12	0	0	20	20	20	70	80	70	0	90
295	1.12	0	40	60	50	50	60	30	70	60	C
296	1.12	30	0	0	0	30	90	90	C	C	C
297	1.12	0	20	40	60	80	20	10	90	70	90
298	1.12	50	30	30	20	80	C	40	C	C	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покъсване
% инхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
299	1.12	0	0	20	20	70	C	80	C	C	70
300	1.12	20	0	0	0	0	C	80	C	40	50
301	11.21	0	0	0	90	20	30	0	40	40	90
302	1.12	0	C	90	C	C	C	90	C	C	C
304	1.12	10	80	80	C	80	C	90	C	C	C
305	1.12	0	90	90	C	90	70	30	C	90	C
306	1.12	0	60	40	C	80	80	70	C	C	C
307	1.12	30	80	80	C	70	C	90	90	90	C
308	1.12	40	C	C	C	C	C	80	C	C	C
309	1.12	40	C	90	C	C	C	80	C	C	C
310	1.12	20	90	70	20	80	C	30	C	C	C
311	1.12	60	C	90	90	C	C	60	C	C	C
312	11.21	60	C	C	C	C	C	C	C	C	C
313	1.12	30	C	C	C	C	C	90	C	C	C
314	1.12	20	80	90	C	90	C	80	C	C	C
316	1.12	0	C	90	C	90	90	50	C	C	C
317	1.12	10	90	70	60	60	90	C	C	80	C
318	11.21	70	C	90	C	C	C	C	C	C	C
319	1.12	20	80	40	70	30	90	50	C	80	C
320	1.12	0	60	40	40	30	C	90	C	80	C
321	1.12	20	20	30	80	60	60	20	C	50	C
322	1.12	0	20	30	80	30	C	30	C	60	C
323	1.12	0	60	70	90	70	80	20	C	50	C
324	1.12	20	70	50	70	80	C	30	90	90	C
325	11.21	0	90	C	C	C	90	90	C	C	C
326	11.21	20	C	90	C	90	C	80	C	C	C
327	11.21	0	0	0	0	0	0	0	20	0	0
328	1.12	0	10	40	90	0	70	20	C	0	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди помитване
% инхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
330	1.12	20	60	80	80	70	80	20	C	C	C
331	1.12	0	30	40	70	20	70	50	80	70	80
332	1.12	0	60	80	70	60	80	0	80	70	90
333	1.12	0	70	90	C	70	90	40	C	C	90
334	1.12	0	60	70	80	80	40	40	70	80	C
335	1.12	0	0	0	0	0	C	C	C	90	80
336	1.12	0	30	60	80	40	90	60	80	80	80
337	1.12	10	0	30	20	70	C	70	C	80	80
338	1.12	20	20	20	20	70	C	50	80	80	70
339	1.12	30	10	0	0	10	80	90	C	90	90
340	1.12	20	80	70	40	80	C	C	C	C	90
341	② 1.12	20	C	90	90	70	90	90	C	C	C
342	1.12	30	C	C	C	90	C	80	C	C	C
343	11.21	0	0	0	20	0	20	0	50	30	80
344	1.12	0	0	0	0	0	0	0	60	0	0
345	1.12	0	0	20	20	30	20	0	70	50	70
346	11.21	30	0	0	0	0	80	30	C	C	60
347	11.21	0	80	70	70	80	80	30	C	90	80
348	1.12	40	60	40	20	80	C	C	C	C	70
349	1.12	0	20	60	30	70	30	20	80	70	80
352	11.21	20	30	50	40	30	80	60	90	60	80
353	11.21	0	80	70	20	50	80	80	C	C	C
354	1.12	0	20	70	30	60	20	20	90	30	C
355	11.21	0	0	30	0	20	0	30	80	30	90
356	11.21	30	C	C	80	90	C	40	C	C	C
357	11.21	20	30	80	40	70	80	20	60	90	70
358	11.21	70	60	50	30	80	C	80	C	C	70
359	1.12	20	0	20	0	40	40	30	90	90	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди помилване
% изхибране на разпенването

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	p b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
360	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
361	11.21	0	0	40	60	80	50	0	90	50	80
362	11.21	0	50	80	60	50	80	20	90	60	C
363	11.21	0	0	40	20	0	0	0	50	0	60
364	11.21	0	30	80	80	80	70	20	C	60	90
365	11.21	30	70	C	C	C	90	30	C	70	90
366	11.21	20	C	C	C	C	50	50	C	70	C
367	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
368	11.21	0	0	0	0	0	0	0	30	0	0
369	11.21	0	0	0	0	0	30	0	80	30	80
370	11.21	0	0	20	0	0	20	0	30	30	80
371	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
372	11.21	0	0	0	0	0	0	0	40	10	0
373	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	20
374	11.21	0	0	30	0	0	0	0	80	30	90
375	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
376	11.21	0	0	20	0	0	20	0	70	80	30
377	11.21	0	0	60	20	40	20	0	90	80	20
378	11.21	0	30	50	0	80	70	0	50	80	30
379	11.21	0	0	0	0	0	0	0	30	0	50
380	11.21	0	0	0	0	0	20	0	30	0	0
381	1.12	0	0	20	0	0	0	0	0	0	0
382	11.21	0	0	0	0	0	40	0	70	0	80
383	11.21	10	10	0	20	10	50	10	70	70	40
	11.21	0	0	0	0	0	40	0	60	60	20
384	11.21	0	0	0	0	20	0	0	0	30	0
385	11.21	0	0	0	0	30	0	0	20	0	0
386	11.21	0	0	0	0	40	20	0	80	80	40

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покъпане
% инхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		е п п	п б б	е j j	о б б	у g g	о g g	о b b	е l l	п m m	и b b
387	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
388	11.21	0	30	0	0	0	30	10	80	50	80
389	11.21	30	C	C	C	C	C	70	C	C	C
390	11.21	20	C	C	C	C	C	80	C	C	C
391	1.12	20	C	C	80	C	70	50	C	C	C
392	1.12	30	C	C	C	C	C	60	C	C	C
393	1.12	0	0	20	0	20	80	0	80	20	40
394	1.12	10	30	80	90	60	50	40	90	C	C
395	1.12	10	30	80	C	50	30	40	70	80	C
396	11.21	30	C	C	90	90	C	70	C	C	C
397	1.12	20	20	80	90	90	50	20	80	80	90
398	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
399	1.12	0	0	30	0	80	40	20	70	C	90
400	11.21	80	30	30	20	60	0	0	90	80	90
401	1.12	30	60	80	40	30	40	20	80	80	C
402	1.12	0	30	60	80	30	0	0	40	50	80
403	11.21	20	40	90	90	80	70	80	80	70	C
404	11.21	30	60	90	C	70	80	30	90	90	C
405	11.21	30	50	90	50	80	70	60	C	80	C
406	11.21	20	30	90	40	C	80	60	C	C	90
407	11.21	40	20	20	20	40	C	C	C	80	80
408	⊙ 11.21	20	80	70	20	30	70	40	C	80	C
409	+ 11.21	0	0	40	20	20	40	20	50	N	N
410	+ 11.21	0	30	60	40	60	40	30	60	70	30
411	1.12	0	90	C	C	80	80	40	90	C	C
412	1.12	0	20	40	30	50	70	40	60	50	80
413	11.21	0	20	60	50	40	40	20	70	40	90
414	11.21	20	C	90	60	60	C	20	C	C	C

Таблица 7 (Продължение)

Осигуряване преди покитване
% извършване на растението

Съедин. №	разходна норма kg/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	n b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
415	1.12	0	30	80	30	80	40	20	90	90	70
416	1.12	10	70	80	20	80	30	60	80	C	30
417	1.12	20	0	30	0	0	20	0	60	40	30
418	1.12	20	20	70	40	70	30	70	80	60	50
419	1.12	0	20	30	30	10	70	20	80	60	80
420	1.12	0	20	80	80	70	20	20	60	50	C
421	11.21	0	80	90	C	40	C	80	C	90	C
422	11.21	0	70	90	C	70	70	40	C	70	C
423	11.21	0	0	0	0	0	0	0	50	20	20
424	11.21	0	0	40	20	0	0	0	40	0	30
425	11.21	0	0	70	20	20	C	40	C	C	30
426	11.21	0	0	50	10	50	40	0	70	60	70
427	(11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	10	0
428	11.21	0	0	0	0	20	30	0	90	70	70
429	11.21	0	30	30	10	20	0	0	30	50	10
430	11.21	20	0	30	0	0	70	40	60	30	20
431	11.21	0	0	0	0	0	0	0	60	20	0
432	11.21	0	20	50	70	10	20	10	C	10	90
433	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
435	11.21	0	40	60	30	70	C	20	C	90	90
	+ 11.21	N	N	N	0	0	0	0	0	0	0
436	+ 11.21	N	N	N	0	0	0	0	0	0	0
	11.21	20	0	0	0	0	30	0	40	20	10
437	+ 11.21	0	0	0	0	40	80	30	80	80	60
438	1.12	0	30	60	40	30	70	50	80	80	40
439	1.12	0	0	0	0	0	80	50	50	60	40
440	11.12	0	30	50	70	40	50	20	60	40	C
441	1.12	0	40	40	20	80	90	20	C	C	70

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покъпане
% инхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	p b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
442	11.21	10	60	80	70	C	80	20	C	C	C
443	1.12	0	80	10	50	40	90	80	C	90	C
444	1.12	0	30	80	20	30	0	0	0	N	N
445	1.12	10	C	80	C	80	C	C	C	C	C
446	1.12	60	C	80	90	80	C	C	90	C	C
447	1.12	30	C	40	80	90	C	C	C	C	C
448	1.12	80	C	90	80	C	C	C	C	C	C
449	(1.12	0	60	80	50	60	30	30	70	10	30
450	1.12	0	0	10	0	20	80	20	90	10	40
451	1.12	20	0	20	20	30	C	70	80	50	70
452	1.12	80	C	90	70	C	C	C	C	C	C
453	1.12	0	0	0	0	0	90	20	C	30	80
454	(1.12	0	C	80	80	80	90	80	C	C	C
455	1.12	40	C	90	C	90	C	C	C	C	C
456	1.12	40	C	80	C	80	C	C	C	C	C
457	1.12	0	C	70	40	60	C	40	90	90	C
458	(1.12	50	C	90	C	90	C	C	C	C	C
459	1.12	10	C	60	70	90	C	70	C	C	C
460	(1.12	20	C	90	C	90	C	70	C	C	C
461	1.12	60	C	90	C	90	C	30	C	C	C
462	11.21	0	0	0	0	60	80	50	90	C	C
463	1.12	50	30	70	50	80	C	80	C	C	C
464	1.12	0	C	70	80	70	90	30	C	C	C
465	11.21	20	C	C	C	C	C	C	C	C	C
466	11.21	70	0	0	10	0	90	50	C	80	C
467	11.21	10	20	10	10	80	0	10	C	C	80
468	1.12	0	90	50	90	60	80	70	90	C	C

Таблица 7 (Продължение)

Опити преди покъване
% инхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n n	p b b	e j j	o b b	y g g	o g g	o b b	e l l	n m m	i b b
497	11.21	0	0	0	0	0	20	0	0	0	0
498	11.21	0	0	0	0	80	50	10	C	70	90
499	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
501	11.21	20	90	60	90	90	80	20	C	90	40
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	30	20	20

- * основително /слабо/ покъване - *Polygonum convolvulus*
- ⊕ неравномерно /равно/ покъване на *Xanthium pennsylvanicum*
- + преобладаващо /осичено/ осичено
- (осичено покъване на *Sorghum halepense*
-) често среща се осичено при *Brassica cervensis*, *Polygonum convolvulus*

Таблица 7А
Опити преди покълване
% инхибиране на растението

съедин. №	разходна норма кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		е п п	л б б	е j j	о b b	у g g	о g g	о b b	е l l	п т т	и т т
89	11.21	10	0	0	0	0	20	0	90	70	30
93	1.12	0	0	0	0	0	30	20	20	10	20
98	1.12	0	0	70	60	30	80	20	90	70	60
136	1.12	0	90	90	C	70	80	80	90	90	C
139	1.12	20	20	40	80	30	70	70	C	90	90
140	1.12	0	30	70	60	0	70	80	90	70	70
141	1.12	0	20	50	70	20	80	70	70	80	90
178	1.12	0	20	10	30	10	50	20	C	90	C
198	1.12	0	0	0	0	0	0	0	80	20	70
203	11.21	0	0	20	10	0	10	20	0	0	0
205	11.21	0	0	20	0	0	0	0	10	30	10
251	1.12	0	50	70	80	0	40	30	60	20	90
252	1.12	0	30	60	60	20	40	30	20	10	10
285	1.12	0	0	0	0	50	C	80	C	10	80
287	1.12	30	0	0	0	0	70	90	C	60	80
288	1.12	0	0	0	0	0	C	30	C	20	90
303	11.21	0	C	C	C	C	C	C	C	C	C
315	11.21	20	C	C	C	C	C	C	C	C	C
329	1.12	0	0	0	0	0	70	0	C	90	C
350	1.12	0	0	0	0	0	80	10	C	C	50
351	1.12	0	0	0	0	0	80	80	C	C	C
488	1.12	0	30	40	80	70	70	0	C	60	C
500	11.21	0	10	70	80	30	60	40	70	30	90

ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ НА
ХЕРБИЦИДНА АКТИВНОСТ

Хербицидната активност на някои от съединенията, съгласно изобретението, проявена след поникване, е доказана чрез опити в оранжерия, проведени по следния начин: Пурен слой от почва се поставя в алуминиеви съдове /платки/, които имат дупки на дното, и се уплътнява докато височината на слой почва достигне от 0.95 до 1.27 см от горния ръб на съда. Върху почвата се поставят предварително определен брой семена от всеки от избраното едносеменни и двусеменни едногодишни растителни видове и/или вегетативни пропагули /издънки/ от многогодишни растителни видове, които се притиснат в почвата. Семената и/или вегетативните пропагули се покриват с почва и се заравнява. След това, съдовете се пренасят в оранжерия, където се поставят върху поставки и се напояват отдолу, колкото е необходимо. След като растенията достигнат желаната възраст /две или три седмици/, всеки съд се премества, поотделно, в камера за пръскане, където се напръсква посредством пулверизатор /дюза/, работещ при налягане 170.3 кПа, като разходните норми са отбелязвани. Количеството на емулгиращата смес в разтвора за пръскане е так_ова, че да се получи разтвор или суспензия за пръскане, съдържащи около 0.4 об.% емулгатор. Разтворът или суспензията за пръскане съдържат достатъчно количество от изследваното вещество, за да се осигурят разходни норми на активните ингредиенты, съответстващи на тези, посочени в таблици 8 и 8А, като прилаганото общо количество разтвор или суспензия е равно на 1870 л/ха. Съдовете се връщат в оранжерията и се напояват, както преди. Увреждането на растенията, в сравнение с контролата, се наблюдава приблизително на 10-тия до 14-тия ден /обикновено, на 11-тия ден/ и в някои случаи се извършва повторно наблюдение на 24-тия до 28-мия ден /обикновено, на 25-тия ден/ след пръскането. Следпоникуващата хербицидна активност в таблици-

те е изразена чрез % инхибиране на всеки растителен вид.

TABLE 8
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8
Опити след поникване
% инхибиране на растението

Срд. No. Съединение №	Разход- на норма Rate kg/ha кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e	n	e	o	y	o	o	e	n	i
		n	b	j	b	g	g	b	l	m	b
		s	g	g	r	r	l	u	e	u	w
62	11.21	0	0	0	0	0	0	0	10	0	0
63	11.21	0	20	70	20	20	c	0	c	40	c
64	11.21	0	20	20	0	30	60	20	60	20	80
65	11.21	0	0	50	10	70	50	40	70	30	70
66	11.21	0	0	80	30	20	70	0	50	30	c
67	11.21	20	20	80	40	40	70	20	80	40	c
68	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
69	11.21	0	0	0	0	0	10	0	10	0	0
70	11.21	0	10	10	10	40	40	30	50	20	N
71	11.21	0	0	0	0	0	20	30	20	20	40
72	11.21	10	10	10	20	50	30	60	90	30	90
73	11.21	0	0	0	0	0	0	10	20	20	20
74	1.12	10	0	10	10	10	20	20	40	40	90
75	11.21	0	0	0	0	0	10	0	0	0	60
76	1.12	10	40	40	30	50	50	40	90	70	c
77	11.21	0	20	20	0	20	10	20	30	60	60
78	11.21	0	0	10	10	0	10	10	40	40	30
79	11.21	10	60	30	20	20	60	20	c	90	c
80	11.21	0	0	0	0	0	10	10	60	0	N
81	11.21	50	0	70	10	70	60	40	80	10	90
82	11.21	10	0	40	20	30	90	0	20	30	60
83	11.21	20	0	60	40	40	80	70	c	90	c
84	11.21	10	10	40	0	10	50	20	c	0	N
85	11.21	20	60	90	50	70	c	40	c	20	c
86	11.21	10	30	80	0	80	c	70	c	60	c
87	11.21	10	10	40	0	20	70	50	c	30	40
88	11.21	0	10	70	10	50	c	c	c	60	c

TABLE 8 (continued) ТАБЛИЦА 8-продължение
POST EMERGENCE TESTS Опити след поникване
% PLANT INHIBITION % инхибиране на растението

Съединение Срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e	n	e	o	y	o	e	n	i	
		n	b	j	b	g	g	b	l	m	b
		s	g	g	r	r	l	u	e	u	w
90	11.21	0	10	0	10	0	60	30	c	50	50
91	1.12	10	50	40	40	30	60	c	40	50	80
92	1.12	20	30	40	50	30	c	80	c	80	80
94	1.12	10	90	90	c	c	90	80	c	80	c
95	1.12	10	60	50	40	80	80	c	c	70	c
96	1.12	40	c	c	c	c	c	90	c	c	c
97	1.12	50	70	60	90	c	90	c	c	c	c
99	11.21	10	c	c	90	c	c	90	c	c	c
100	1.12	20	c	c	c	c	c	80	c	80	c
101	1.12	30	90	70	c	c	c	c	c	c	c
102	1.12	20	90	c	c	90	c	60	c	c	c
103	1.12	10	40	70	30	80	80	60	c	70	c
104	1.12	20	30	80	40	50	c	70	c	40	c
105	1.12	20	30	20	0	20	40	20	80	30	c
106	1.12	10	30	40	20	60	c	60	c	60	90
107	1.12	10	0	20	0	30	50	50	90	40	90
108	11.21	0	90	90	c	c	c	c	c	c	c
109	1.12	10	40	20	0	30	60	40	c	40	90
110	1.12	20	30	40	20	70	80	60	c	30	c
111	11.21	30	0	20	20	60	c	c	c	80	c
112	11.21	40	30	30	0	60	80	60	c	40	70
113	11.21	0	0	0	0	0	30	20	50	0	20
114	11.21	10	10	0	0	0	50	20	50	10	60
115	1.12	20	40	40	20	80	60	60	c	60	c
116	1.12	20	80	70	70	80	c	c	c	80	80
117	1.12	20	90	c	c	c	c	90	c	90	c
118	1.12	30	30	30	20	30	60	80	90	30	c

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% инхибиране на растението

Съединение срв. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n s	n b g	e j g	o b r	y g r	o g r	o g l	e b u	e l e	n m u
119	11.21	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
120	1.12	10	40	80	50	80	c	90	c	70	c
121	11.21	20	40	90	90	c	c	90	c	90	c
122	1.12	20	20	70	20	70	80	60	c	50	90
123	1.12	20	0	50	60	50	c	70	c	30	90
124	11.21	20	70	c	50	90	c	70	c	90	c
125	1.12	0	20	0	0	0	30	40	c	30	c
126	1.12	10	40	30	0	50	60	30	90	40	80
127	1.12	20	20	c	80	60	c	c	c	c	c
128	1.12	20	30	c	c	50	c	c	c	90	c
129	1.12	30	40	90	80	80	90	c	c	90	c
130	1.12	20	20	70	30	40	c	c	c	40	c
131	1.12	30	20	50	20	0	c	c	c	40	c
132	11.21	30	60	c	80	c	c	c	c	c	c
133	1.12	40	0	50	20	50	c	c	c	40	80
134	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
135	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
137	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
138	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
142	1.12	30	c	c	c	c	c	c	c	c	c
143	1.12	20	c	0	c	c	c	c	c	c	c
144	1.12	20	60	90	c	70	c	c	c	c	c
145	1.12	20	80	80	c	70	80	c	c	c	c
146	1.12	30	80	80	40	90	c	c	c	90	c
147	1.12	30	0	70	0	80	c	c	c	40	c
148	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
149	1.12	20	0	40	0	30	c	70	c	50	c

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% ИНХИБИРАНЕ НА РАСТЕНИЕТО

Съединение ср. № No.	Разход- на нор- маRate kg/ha кг/ха	Y e n s	A n b g	S e j g	D o b r	B y g r	M o g l	C o b l u	V e l e	I n l e u	W i b w
150	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	90	c
151	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	80	c
152	1.12	20	30	20	40	0	50	40	60	50	90
153	1.12	10	40	90	40	30	c	40	c	50	90
154	1.12	20	20	70	40	80	c	80	c	40	80
155	1.12	20	30	80	90	80	c	40	c	50	80
156	1.12	10	30	70	60	30	c	80	c	30	80
157	1.12	20	50	80	40	60	80	50	c	70	c
158	1.12	20	50	80	60	50	c	80	c	20	90
159	11.21	50	50	c	c	c	c	c	c	80	c
160	1.12	30	70	80	60	80	c	c	c	80	c
161	11.21	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
162	1.12	10	10	40	30	20	50	20	30	10	90
163	11.21	30	60	50	30	60	c	30	c	30	c
164	11.21	0	0	0	0	0	20	40	20	40	30
	11.21	0	30	30	0	20	20	40	30	60	20
165	11.21	10	80	80	80	80	c	40	c	20	c
166	1.12	0	20	30	0	0	20	20	60	30	90
167	11.21	0	60	c	60	90	90	90	c	c	c
	11.21	20	60	80	50	80	80	70	c	90	c
168	11.21	40	20	80	20	70	80	c	c	60	c
169	1.12	30	30	80	30	50	90	70	90	50	c
170	11.21	20	50	80	40	70	90	70	90	70	c
	11.21	0	40	80	20	80	90	80	c	90	c
171	11.21	0	10	50	30	50	20	40	c	30	c
172	1.12	20	0	40	20	30	50	60	80	30	30
173	1.12	20	0	40	20	20	70	80	70	30	60

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
% PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% ИНХИБИРАНЕ НА РАСТЕНИЕТО

Съединение Срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha kg/xa	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e	n	e	o	y	o	o	e	n	i
		n	b	j	b	g	g	b	l	m	b
		s	g	g	r	r	l	u	e	u	w
174	1.12	20	0	40	20	30	60	70	80	30	80
175	11.21	20	40	90	90	90	C	60	C	60	C
176	11.21	20	90	90	80	90	C	90	C	90	C
177	11.21	10	60	C	C	C	C	C	C	C	C
179	1.12	30	80	90	60	80	C	70	C	80	C
180	1.12	30	40	90	70	C	90	80	C	C	C
181	11.21	40	50	C	80	C	90	C	C	C	C
182	11.21	20	C	C	C	C	C	C	C	C	C
183	1.12	0	40	80	50	60	80	80	90	50	C
184	11.21	30	20	60	20	70	C	C	C	60	C
185	11.21	20	30	80	30	70	90	90	C	80	C
186	1.12	30	80	80	90	80	C	80	C	80	C
187	1.12	0	40	70	30	40	40	70	80	30	90
188	11.21	30	80	C	C	90	90	C	C	80	C
189	1.12	30	20	60	20	40	50	40	80	40	80
190	1.12	20	0	50	20	30	C	90	C	50	50
191	11.21	10	30	C	20	60	C	40	90	90	C
192	11.21	30	C	C	C	C	C	C	C	C	C
193	11.21	0	20	70	60	80	C	C	C	80	90
194	1.12	20	50	70	30	80	90	90	C	60	90
195	1.12	30	30	30	40	80	90	C	C	50	80
196	1.12	30	30	60	40	70	90	90	C	60	80
197	11.21	10	50	80	30	C	80	90	C	90	C
199	1.12	30	30	80	30	60	C	50	C	50	30
200	1.12	20	20	20	30	30	C	80	C	60	50
201	1.12	0	0	20	20	0	C	70	C	40	50
202	1.12	20	0	30	20	20	C	60	80	30	50

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% инхибиране на растението

Съединение Срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	Y e n s	A n b g	S e j g	D o b r	B y g r	M o g l	C o b l u	V e l e	I n m e u	W i b w
204	1.12	0	0	20	0	0	0	10	20	0	30
206	11.21	0	30	90	50	80	70	40	с	60	с
207	1.12	0	0	20	0	0	30	30	40	30	20
208	1.12	10	60	90	60	90	с	90	с	с	с
209	1.12	10	0	0	0	0	20	20	40	0	40
210	1.12	10	10	10	10	10	90	50	40	20	90
211	1.12	0	20	70	50	70	80	60	с	30	с
212	1.12	40	90	90	80	с	90	90	с	90	90
213	1.12	30	20	10	30	40	60	с	90	90	90
214	1.12	30	60	60	80	40	60	90	60	90	90
215	1.12	10	30	50	40	80	с	с	с	с	90
216	1.12	10	60	с	80	80	90	60	с	60	с
217	1.12	20	90	90	с	90	90	90	с	90	с
218	1.12	30	с	с	с	с	с	90	с	90	с
219	1.12	60	50	с	с	с	с	с	с	90	90
220	1.12	40	с	90	90	с	с	с	с	с	с
221	1.12	50	90	90	с	с	с	90	с	с	с
222	1.12	80	0	20	90	90	90	80	с	с	90
223	1.12	30	90	90	с	с	90	с	с	с	с
224	1.12	40	50	80	60	90	90	с	с	80	с
225	1.12	30	90	90	60	с	с	с	с	90	с
226	1.12	30	60	70	с	с	90	с	с	с	90
227	1.12	60	90	90	с	с	90	с	с	90	90
228	1.12	80	90	с	с	с	с	с	с	с	с
229	1.12	40	70	с	90	с	с	с	с	с	с
230	1.12	40	30	50	30	90	с	с	с	60	90
231	1.12	20	0	20	20	70	50	50	90	40	80

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% инхибиране на растението

Съединение Срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	y e n s	A n b g	S e j g	D o b r	B y g r	M o g l	C o b l u	V e l e	I n m e	W i b w
232	1.12	10	c	c	c	90	90	c	c	90	c
233	1.12	10	60	40	50	90	90	c	90	90	90
234	1.12	10	0	10	0	0	50	90	c	20	c
235	1.12	0	0	0	0	0	50	90	c	10	90
236	1.12	10	50	90	c	50	c	90	c	c	90
237	1.12	20	40	60	60	90	90	90	c	70	90
238	1.12	30	20	60	20	40	80	80	90	40	c
239	1.12	80	90	90	c	c	c	c	c	c	90
240	1.12	30	c	c	c	c	c	c	c	c	c
241	1.12	20	c	50	90	c	60	80	c	70	90
242	1.12	30	60	50	90	c	90	90	c	c	c
243	1.12	30	60	50	c	c	90	90	c	90	c
244	1.12	20	20	20	0	30	50	40	50	50	50
245	1.12	20	30	30	90	50	90	90	c	90	90
246	1.12	30	c	c	c	c	c	c	c	c	c
247	1.12	60	40	80	c	c	90	90	c	c	c
248	1.12	60	40	60	50	c	90	90	90	90	c
249	1.12	30	90	90	c	c	80	90	c	c	c
250	1.12	10	c	c	c	c	c	90	c	c	90
253	1.12	10	90	90	90	80	80	80	c	90	c
254	1.12	10	c	c	c	c	c	c	c	c	c
255	1.12	40	c	c	c	c	c	c	c	c	c
256	1.12	40	80	c	90	90	80	90	c	90	c
257	1.12	20	50	80	60	70	c	70	c	60	90
258	1.12	30	40	60	30	50	c	80	c	80	90
259	1.12	20	0	0	0	0	30	70	30	40	40
260	1.12	20	30	50	60	80	60	40	c	60	90

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
% PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% инхибиране на растението

Съединение Cpd. № No.	Разход- на норма Rate kg/ha кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e	n	e	o	y	o	o	e	n	i
		n	b	j	b	g	g	b	l	m	b
		s	g	g	r	r	l	u	e	u	w
261	-	11.21	20	c	c	c	c	c	c	c	c
262		1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	c
263		1.12	30	30	70	70	70	80	60	c	60 90
264		1.12	40	c	c	c	c	c	c	c	c
265		1.12	20	c	c	c	c	c	90	c	90 c
266		1.12	20	c	c	90	c	c	c	c	90 c
267		1.12	10	c	c	c	90	90	90	c	90 c
268		1.12	20	80	90	c	c	90	c	c	50 90
269		1.12	30	90	c	70	90	c	90	c	90 N
270		1.12	60	90	90	c	c	c	90	c	90 c
271		1.12	20	70	40	60	50	c	c	c	50 c
272		1.12	30	60	40	50	60	c	c	c	60 c
273		1.12	20	70	40	80	50	c	60	90	60 c
274		1.12	0	40	50	50	30	c	60	70	40 80
275		1.12	20	40	80	70	50	c	80	90	40 c
276		1.12	20	50	50	30	80	90	30	90	50 N
277		1.12	20	90	c	90	c	c	80	c	60 c
278		1.12	40	c	c	c	c	c	c	c	90 c
279		11.21	50	10	c	80	c	c	c	c	c c
280		11.21	60	0	c	40	80	c	c	c	c c
281		1.12	0	0	0	0	0	30	30	30	30 30
		1.12	0	0	0	0	0	50	40	20	0 60
282		1.12	10	0	20	0	30	70	c	c	10 c
283		1.12	0	10	50	30	40	90	c	c	50 90
286		1.12	20	0	30	0	50	c	c	c	30 90
289		1.12	20	10	50	20	60	90	c	c	40 c
290		1.12	20	0	40	10	50	c	c	c	60 c

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
% PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
Опити след поникване
% инхибиране на растението

Съединение № Срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	у	а	с	д	в	м	с	v	l	и	w
		e	n	e	o	y	o	e	n	i	n	b
		n	b	j	b	g	g	b	l	m	b	w
		s	g	g	r	r	l	u	e	u	w	
291	1.12	30	0	30	20	20	с	с	с	40	90	
292	1.12	10	0	0	0	40	60	80	с	20	с	
293	1.12	20	0	20	0	60	с	с	с	10	с	
294	1.12	0	20	30	20	20	80	50	50	20	30	
	1.12	0	0	0	0	0	90	80	80	0	0	
295	1.12	30	60	80	30	50	90	70	90	80	с	
296	1.12	20	0	10	10	10	90	90	с	30	90	
297	1.12	10	20	20	20	0	60	60	80	20	с	
298	1.12	20	30	30	30	20	90	с	с	60	с	
299	1.12	20	20	30	30	30	с	с	с	30	90	
300	1.12	40	0	60	20	80	с	с	с	30	90	
301	11.21	0	10	60	40	60	60	20	30	20	90	
302	1.12	10	с	с	с	с	с	с	с	с	с	
304	1.12	30	90	с	80	с	90	90	с	с	с	
305	1.12	10	80	70	90	с	с	с	с	с	с	
306	1.12	40	с	с	с	с	с	с	с	с	с	
307	1.12	20	90	с	с	с	с	90	с	90	с	
308	1.12	20	с	с	с	с	90	90	с	90	с	
309	1.12	60	с	с	с	с	с	с	с	90	с	
310	1.12	30	40	40	30	60	с	80	90	60	с	
311	1.12	40	с	80	с	90	с	с	с	80	с	
312	- 11.21	10	с	с	с	с	с	с	с	90	с	
313	1.12	20	с	90	с	с	с	70	с	60	с	
314	1.12	30	90	90	с	с	с	90	с	90	с	
316	1.12	20	30	50	40	40	50	50	60	30	с	
317	- 1.12	20	20	70	0	70	с	с	с	80	с	
318	= 11.21	40	40	с	80	90	с	с	с	90	с	

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
% PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
Опити след поникване
% инхибиране на растението

Съединение срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	y e n s g	A n b j g	S e o j g	D o b r	B y g r	M o g r	C o b l u	V e l e	I m e	W i n g
319	= 1.12	20	0	0	0	0	с	с	с	60	с
320	= 1.12	20	20	80	30	70	с	с	с	80	с
321	1.12	0	0	20	20	20	30	60	с	30	с
322	1.12	30	70	80	50	60	60	80	90	50	с
323	1.12	20	50	30	20	30	80	70	90	30	с
324	1.12	20	с	с	с	с	90	с	с	90	90
325	- 11.21	10	с	с	с	90	с	с	с	90	с
326	11.21	20	с	с	с	90	с	с	с	50	с
327	11.21	0	20	0	20	50	50	30	50	10	90
328	1.12	0	40	50	20	60	50	80	с	30	с
330	1.12	10	20	60	30	90	90	90	с	60	с
331	1.12	30	80	с	с	90	с	с	с	90	с
332	1.12	0	20	50	30	60	80	60	с	60	с
333	1.12	0	30	40	30	80	60	50	80	40	с
334	1.12	20	40	40	20	30	70	50	80	50	90
335	1.12	20	30	90	80	80	с	с	с	90	с
336	1.12	20	60	60	90	90	с	80	с	80	с
337	1.12	20	20	60	80	50	с	с	с	60	с
338	1.12	20	30	90	90	80	с	с	с	80	с
339	1.12	0	0	0	30	40	с	с	с	50	90
340	1.12	0	30	30	0	50	с	с	с	60	с
341	1.12	20	с	с	с	с	с	с	с	90	с
342	1.12	40	90	90	с	с	с	с	с	80	с
343	11.21	20	30	60	40	40	80	80	80	60	80
344	1.12	10	0	0	0	0	20	20	40	0	0
345	1.12	0	0	0	0	20	40	20	30	20	20
346	11.21	30	0	20	10	10	50	50	с	60	70

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% инхибиране на растението

Съединение срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	Y e n s	A n b g	S e j g	D o b r	B y g r	M o g r	C o g l	V o b l	I e m b	W i b
347	11.21	0	50	70	30	80	с	80	90	60	60
348	1.12	0	20	30	20	50	с	50	80	40	40
349	1.12	20	20	0	20	20	30	40	60	30	60
352	11.21	0	0	10	0	0	10	10	0	0	90
353	11.21	10	90	с	с	90	90	80	с	90	с
354	1.12	10	30	40	20	0	20	10	10	30	30
355	11.21	10	10	40	10	60	90	40	50	40	с
356	11.21	20	20	90	30	80	80	40	90	30	с
357	11.21	0	0	10	10	10	20	10	30	10	20
358	11.21	10	0	10	10	20	90	30	90	90	90
359	1.12	0	0	0	0	0	0	10	10	0	70
360	11.21	0	0	0	0	0	0	0	40	20	50
361	11.21	10	0	0	0	10	0	10	10	0	30
362	11.21	10	0	0	0	0	0	10	10	0	20
363	11.21	0	0	30	30	20	90	30	с	30	90
364	11.21	0	0	0	10	0	20	10	10	10	40
365	11.21	0	30	80	30	30	70	30	90	20	с
366	-	11.21	10	30	60	60	80	с	40	с	60
367	11.21	0	0	0	10	10	30	20	20	10	N
368	11.21	0	0	0	0	0	0	10	10	10	N
369	11.21	0	20	0	0	30	20	20	20	40	90
370	11.21	0	10	10	10	40	20	20	30	30	с
371	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
372	11.21	0	0	0	0	20	30	20	20	20	60
373	11.21	0	10	10	10	80	20	50	50	50	90
374	11.21	0	10	40	10	40	90	20	60	80	с
375	11.21	0	0	10	0	10	20	10	10	20	30

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8 - продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% ИНХИБИРАНЕ НА РАСТЕНИЕТО

Съединение срв. № №.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	Y e n s	A n b g	S e j g	D o b r	B y g r	M o g r	C o b l	V e u	I e u	W n i b
376	11.21	0	c	60	50	50	60	80	90	90	90
377	11.21	20	90	30	90	60	90	90	90	90	90
378	11.21	0	0	0	0	10	40	20	20	90	90
379	11.21	0	0	10	10	30	40	40	c	20	c
380	11.21	0	0	30	20	20	40	30	50	30	70
381	1.12	0	0	0	0	0	20	20	0	20	0
382	11.21	0	0	20	0	30	30	30	60	50	90
383	11.21	0	0	20	0	0	30	20	40	20	10
384	11.21	0	0	0	0	0	0	20	30	20	50
385	11.21	0	30	0	0	20	40	30	40	50	40
386	11.21	0	0	0	0	0	80	60	50	50	50
387	11.21	0	0	0	0	30	10	10	30	30	50
388	\ 11.21	0	0	0	0	30	10	10	N	10	20
389	- 11.21	10	90	90	80	90	c	50	c	c	c
390	- 11.21	10	c	c	c	90	c	60	c	90	c
391	1.12	20	30	30	10	60	90	20	30	20	c
392	1.12	10	40	60	40	90	c	40	80	40	c
393	1.12	20	0	20	10	20	c	90	c	0	N
394	1.12	10	80	90	40	90	80	30	c	60	c
395	1.12	10	20	60	30	40	50	20	60	30	c
396	11.21	10	30	30	20	20	c	20	90	40	c
397	1.12	0	20	60	10	70	40	20	40	30	80
398	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
399	1.12	30	50	40	60	70	50	70	90	60	90
400	11.21	30	0	20	0	30	90	30	c	90	c
401	1.12	10	40	40	30	50	60	30	90	30	c
402	1.12	0	20	20	20	20	80	50	90	30	c

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
Опити след поникване
% инхибиране на растениет

Съединение срд. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	Y e n s	A n b g	S j g	D b r	B. y g	M o g	C o b	V e l	I e m	W n i b
403	11.21	30	50	c	90	c	c	90	c	c	c
404	11.21	10	60	90	90	c	c	90	c	90	c
405	11.21	20	20	50	30	c	c	90	90	c	c
406	11.21	10	0	30	10	20	30	30	c	40	90
407	11.21	40	20	c	c	90	c	c	c	c	c
408	11.21	20	40	70	30	60	50	50	c	80	c
	11.21	0	40	40	0	40	40	80	c	80	c
409	11.21	0	0	30	0	40	60	90	70	30	70
	11.21	0	40	70	20	40	70	80	70	60	80
410	11.21	0	0	80	60	0	50	60	90	60	c
411	1.12	0	0	50	0	50	60	20	90	30	c
	1.12	30	40	80	50	80	80	40	c	60	c
412	1.12	0	0	20	20	20	40	30	50	20	50
413	11.21	0	20	50	30	70	80	60	c	40	c
414	11.21	10	c	c	c	90	c	40	c	c	c
415	1.12	30	50	30	30	80	50	40	90	30	c
416	1.12	20	40	60	30	30	50	50	80	40	60
417	1.12	20	20	50	30	40	60	60	90	50	80
418	1.12	0	0	0	20	30	30	0	60	0	70
	1.12	0	0	20	20	20	40	30	30	30	60
419	1.12	0	20	70	0	50	50	50	c	40	c
420	1.12	0	10	0	0	40	50	40	60	60	90
421	11.21	30	80	c	c	c	c	c	c	c	c
422	11.21	0	50	90	60	80	70	70	c	80	c
423	11.21	0	0	0	0	0	30	40	30	20	90
424	11.21	0	0	20	0	10	10	40	90	20	90

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
Опити след поникване
% инхибиране на растението

Съединение Срд. № No.	Разход- на нор- МА Rate kg/ha кг/ха	Y e n s	A n b g	S e j g	D o b r	B y g r	M o g r	C o b l	V e l u	I e m b u	W i b w
425	11.21	0	0	0	0	0	40	40	80	60	60
	11.21	0	0	0	0	0	50	50	60	50	50
426	11.21	0	0	0	0	0	40	30	30	20	40
427	11.21	0	0	0	0	0	0	10	0	0	0
428	11.21	0	0	0	20	20	90	40	80	60	60
429	11.21	40	20	50	0	40	20	20	90	c	60
430	11.21	0	30	60	20	30	50	50	90	30	80
431	11.21	0	0	0	0	0	10	20	10	20	10
432	11.21	0	20	c	10	20	40	20	60	c	c
433	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
435	11.21	0	40	80	20	60	80	60	c	0	c
436	11.21	0	0	50	0	0	20	30	20	40	0
437	11.21	0	0	30	0	0	60	30	40	30	50
	11.21	0	0	20	0	0	40	20	30	0	50
438	1.12	30	50	40	20	30	70	60	80	30	90
439	1.12	20	0	50	20	30	40	60	80	30	80
440	11.21	20	60	60	30	50	90	70	c	70	c
441	1.12	10	30	40	20	30	80	80	80	40	80
442	11.21	0	30	50	20	50	90	50	c	70	c
443	1.12	20	c	c	c	c	c	c	c	90	c
444	1.12	40	0	60	0	20	80	80	c	30	30
445	1.12	40	c	c	c	c	c	c	c	90	c
446	1.12	40	c	90	c	c	c	c	c	c	c
447	1.12	20	40	30	60	80	c	c	c	90	70
448	1.12	20	30	40	20	50	90	70	80	20	40
449	1.12	10	30	50	40	60	c	80	c	10	40
450	1.12	10	40	40	30	40	c	80	c	20	50

TABLE 8 (continued)
POST EMERGENCE TESTS
& PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
Опити след поникване
% инхибиране на растението

Съединение Cpd. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e n s	n b g	e j g	o b r	y g r	o g r	o g l	e b u	e l e	n m u
478	11.21	0	20	20	20	20	70	70	90	40	80
479	11.21	0	0	0	0	0	10	10	0	0	0
480	11.21	0	0	0	0	0	30	0	20	50	0
481	11.21	10	50	90	40	50	90	40	c	40	90
482	11.21	20	c	c	c	c	90	c	c	c	c
484	5.61	0	0	0	0	30	50	20	60	50	80
485	11.21	0	0	20	0	20	60	60	80	30	90
486	1.12	30	30	10	20	40	80	70	40	40	80
487	11.21	0	0	0	0	0	20	30	70	20	80
489	11.21	10	10	10	0	0	20	20	90	0	30
=	1.12	0	0	0	0	0	20	0	0	20	0
490	1.12	20	60	c	90	c	c	70	c	80	c
491	11.21	0	0	30	0	40	50	50	60	30	70
492	11.21	0	0	0	20	0	10	0	0	0	0
493	11.21	0	0	20	0	50	40	40	50	20	60
	11.21	0	0	0	0	30	0	0	20	20	40
494	11.21	0	0	0	0	0	20	20	20	0	10
495	1.12	0	0	0	0	20	20	20	40	50	50
496	1.12	0	0	0	0	0	0	10	10	30	0
497	11.21	0	0	0	0	0	0	0	0	20	40
498	11.21	0	0	0	0	0	80	50	90	30	90
499	11.21	10	0	10	0	30	20	20	20	20	40
501	11.21	0	50	60	30	30	80	30	80	30	50
	1.12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

^ Wibw was generally thin.

= Cobu germination was erratic

- VOLATILE.

\ TEST CONTAMINATION DUE TO VOLATILE COMPOUNDS.

~~2122~~

4I-21(3127)A

TABLE 8A
POST EMERGENCE TESTS
% PLANT INHIBITION

ТАБЛИЦА 8-продължение
ОПИТИ СЛЕД ПОНИКВАНЕ
% инхибиране на растениет

Съединение срл. № No.	Разход- на нор- ма Rate kg/ha кг/ха	Y	A	S	D	B	M	C	V	I	W
		e	n	e	o	y	o	o	e	n	i
		n	b	j	b	g	g	b	l	m	b
		s	g	g	r	r	l	u	e	u	w
89	11.21	0	10	70	10	20	c	c	c	80	80
93	1.12	0	10	40	50	70	60	70	90	60	90
98	1.12	0	70	90	90	80	c	c	c	80	80
136	1.12	10	c	c	c	c	c	c	c	c	c
139	1.12	10	90	c	c	c	c	90	c	c	c
140	1.12	10	c	c	c	c	c	c	c	90	90
141	1.12	0	90	90	c	70	c	90	c	80	c
178	1.12	0	90	70	90	70	c	90	c	70	c
198	1.12	0	50	70	70	50	90	70	c	c	c
203	11.21	0	20	60	30	50	60	60	c	60	90
205	11.21	0	40	70	50	10	80	60	c	60	90
251	1.12	10	80	c	c	90	c	90	c	70	90
252	1.12	20	90	c	c	90	c	c	c	c	c
285	1.12	40	30	50	40	70	c	c	c	c	c
287	1.12	10	0	80	10	70	c	c	c	20	90
288	1.12	10	0	20	0	50	c	c	c	90	c
303	11.21	70	c	c	c	c	c	c	c	c	c
315	11.21	20	c	c	c	c	c	c	c	c	c
329	1.12	0	90	90	90	90	c	90	c	c	c
350	1.12	30	20	70	0	60	90	c	c	c	c
351	1.12	30	30	60	40	70	c	c	c	c	c
488	1.12	0	90	c	90	90	c	c	c	c	c
500	11.21	-	-	-	0	0	0	0	0	0	0
	11.21	0	50	90	70	90	c	c	c	90	c

Хербицидните състави, съгласно изобретението, включват концентрати, които изискват разреждане преди употребата им, могат да съдържат поне един активен ингредиент и спомагателна добавка в течна или твърда форма. Съставите се получават чрез смесване на активния ингредиент с добавките, включващи разредители, пълнители, носители и регулатори. С помощта на такива добавки се получават фино-смляни твърди формулировки, гранули, дражета, разтвори, дисперсии или емулсии. Що защо, се знае, че активният ингредиент се прилага с добавки, като фино-смляно твърдо вещество, течност с органичен произход, вода, уморен агент, диспергатор, емулгатор, както и с подходящи комбинации от изброените добавки.

Подходящи умокрящи агенти са алкилбензол-и алкилнафталин-сулфонати, сулфатирани мастни алкохоли, амини или киселинни амиди, дълговерижни кисели естери на натриев изтионат, естери на натриев сулфоацидат, сулфатирани или сулфонирани естери на мастни киселини, нефтени сулфонати, сулфонирани растителни масла, ди-трет. ацетиленови гликоли, полиоксметиленови производни на алкилфеноли/по-специално, из октилфенол и нонилфенол/ и полиоксметиленови производни на естери на монокарбонови висши мастни киселини и анхидриди на хекситол /като например, сорбитан/. Предпочитани диспергатори са метилцелулоза, поливинилов алкохол, натриеви лигнинсулфонати, полимерни алкилнафталинсулфонати, натриеви нафталинсулфонати и полиметилен динфталинсулфонат. Умокрящи прахове са воднодисперсни състави, съдържащи един или повече активни компоненти, инертен твърд пълнител и един или повече мокрителни и диспергатори. Твърдите инертни пълнители са, обикновено, с минерален произход, като естествени глинни, диатомеова пръст и синтетични материали, производни на силициевия двуокис и други подобни. Примери на такива пълнители са: каолинити, атапулгитова глина и синтетичен магнезиев силикат. Умокрящите прахове, съгласно изобретението, обикновено съдържат от 0.5 до 60 части /за предпочитане от 5-20 части/ активни

вещество, от 0.25 до 25 части /за предпочитане от 1 до 15 части/ уморяващ агент, от 0.25 до 25 части /за предпочитане от 1.0 до 15 части/ диспергатор и от 5 до 95 части /за предпочитане от 5 до 50 части/ твърд инертен пълнител, като всички части са теглови по отношение на целия състав. Когато е необходимо, от 0.1 до 2.0 части от твърдия инертен пълнител могат да се заменят с корозионен инхибитор или антиокислител, или и с двата.

Други формулировки включват прахови концентрати, съдържащи от 0.1 до 60% активно вещество върху подходящ пълнител; тези прахови се разреждат преди прилагането им до концентрационни граници от 0.1 до 10 тегл.%.

Водни суспензии или емулсии могат да се приготвят чрез разбъркване на мазолен разтвор на водорастворим активен ингредиент и емулгатор с вода до пълно хомогенизиране, при което се получава стабилна емулсия на много фино смляни частици. Получената концентрирана водна суспензия се характеризира с изключително малкия размер на частиците си, при което след разреждане и напръскване с нея, полученото покритие е много равномерно. Подходящото съдържание на активно вещество в тези формулировки е от 0.1 до 60 тегл.%, за предпочитане от 5 до 50 тегл.%, като горната граница се определя от граничната растворимост на активния ингредиент в разтворителя. Концентратите са, обикновено, разтвори на активния ингредиент във водонесмесими или частично водонесмесими разтворители, заедно с повърхностноактивен агент. Подходящи разтворители на активното вещество, съгласно изобретението, са: диметилформамид, диметилсулфоксид, N-метилпирролидон, въглеводороди и водонесмесими етери, естери или кетони. Но, други, много силни течни концентрати, могат да се приготвят чрез разтваряне на активния ингредиент в разтворител, разреждане, например с керосин, до получаване на концентрацията за пръскане.

Концентрираните състави, съгласно изобретението, обикно

вено, съдържа от 0.1 до 95 части /ва предпочитане от 5 до 60 части/ активно вещество, от 0.25 до 50 части /ва предпочитане от 1 до 25 части/ повърхностноактивен агент и когато е необходимо, от 5 до 94 части разтворител, като всички части са тегловни и са определени по отношение на общото тегло на емулсионно масло.

Гранули са физически стабилни върнеоти състави, включващи активно вещество, прикелено към или разпределено в основната маса на инертен, фино-смлян пълнител. За да се подпомогне извличането на активния ингредиент от пълнителя, в състава може да се добави и повърхностноактивен агент. Примери за използваните групи минерални пълнители са: естествени глинни, пирофилити, млит, вермикулит. Предпочитани пълнители са порьозните, абсорбционни, с предварително обработени частици, като предварително обработени и пресети частици на атапулгит или топлинно разширени частици на вермикулит и фино-диспергирани глинни, като каолинови, хидратиран атапулгит или бентонитови глинни. Тези пълнители се смесват или в тях се въвеждат активното вещество, за да се получат хербицидни гранули.

Гранулираните състави, съгласно изобретението, съдържат от 0.1 до 30 тегл. части активен ингредиент на 100 тегловни части глина и от 0 до 5 тегл. части повърхностноактивен агент на 100 тегл. части смляна глина.

Съставите, съгласно изобретението, могат да съдържат и други добавки, като например, торове, други хербициди, други пестициди, антидоти и други подобни, поотделно или в комбинации един с други. Химическите вещества, използвани в комбинация с активните ingredienti, съгласно изобретението, са, например, триазини, карбамиди, сулфонилкарбамиди, карбамати, ацетамиди, ацетанилиди, урацили, оцетна киселина или производни на фенола, тиолкарбамати, триазоли, азокпиримидини, бензоена киселина и нейните производни, нитрили, бифенил-естери, нитробензоли и други като:

Хетероциклически азот или сярв-сдържани производни

2-хлор-4-етиламино-6-изопропиламино- $\underline{5}$ -триазин,
2-хлор-4,6-ди/изопропиламино/- $\underline{5}$ -триазин,
2-хлор-4,6-ди/етиламино/- $\underline{5}$ -триазин,
3-изопропил-1Н-2,1,3-бензотиадиазин-4-/ $\underline{3Н}$ -си 2,2-диоксид,
3-амино-1,2,4-триазол,
6,7-дихидродимпиродо /1,2-12^о, 1^о-о/-пиримидинова сол,
5-бром-3-изопропил-6-метилурацил,
1,1^о-диметил-4,4^о-дипиридин,
2-/4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил/-3-хинолинкарбонил
лова киселина,
изопропиламинова сол на 2-/4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин
-2-ил/никотинова киселина,
метил 6-/4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил/-п-толуат и
метил 2-/4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил/-р-толуат,

Карбамади или сулфоникарбамади

N-/4-хлорфенил/ фенил-N,N-диметилкарбамид,
3-/3,4-дихлорфенил/-1,1-диметилкарбамид,
N,N-диметил-N^о-/3-хлор-4-метилфенил/карбамид,
1,3-диметил-3-/2-бензотиазолил/карбамид,
3-/р-хлорфенил/-1,1-диметилкарбамид,
1-бутил-3-/3,4-дихлорфенил/-1-метилкарбамид,
2-хлор-N-1/4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил/амидокарбонил-
бензолсулфонамид,
N-/2-метоксикарбонилфенил сулфонил/-N^о-/4,6-ди-дику/метокси
риидин-2-ил/карбамид,
метил 2-////4,6-диметил-2-пиримидинил/амино/-карбонил/амино/сул
фонил/бензоат,
етил 1-1метил-2-////4,6-диметил-2-пиримидинил/амино/карбонил/ам
но/сулфонил/бензоат,

метил-2//4,6-диметоксим пиримидин-2-ил/аминокарбонил/амино сулфо-
нил метил/бензоат,

метил 2-////4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил/амино/карбонил/-
амино/сульфонил/бензоат,

Карбаматы или тиокарбаматы

2-хлоралил диэтидитиокарбамат,

5-/4-хлорбензил/N,N-диэтилтиокарбамат,

изопронил N-/3-хлорбензил/карбамат,

5-2,3-дихлоралил N,N-диэтилопропилтиокарбамат,

5-пропил N,N-диэтилтиокарбамат,

5-N,N-диэтилтиокарбамат,

5-2,3,3-трихлоралил-N,N-диэтилопропилтиокарбамат

Ацетамиди/ацетанилиди/анилини/амиди

2-хлор-N,N-диэтилацетамид,

N,N-диметил-2,2-дифенилацетамид,

N-/2,4-диметилтиен-3-ил/-N-/1-метоксипроп-2-ил/-2-хлорацетамид,

N-/1H-пиразол-1-илметил/-N-/2,4-диметилтиен-3-ил-2-хлорацетамид,

N-/1-пиразол-1-илметил/-N-/4,6-диметоксипиримидин-5-ил/-2-хлор-
ацетамид,

N-/2,4-диметил-5-III/трифлуорметил/сульфонил/амино/фенил/ацетамид,

N-изопронил-2-хлорацетанилид,

N-изопронил-1-/3,5,5-триметилциклохексен-1-ил/-2-хлорацетамид,

2^o,6^o-диэтил-N-/бутоксиметил/-2-хлорацетанилид,

2^o,6^o-диэтил-N-/2-н.-пропоксиметил/-2-хлорацетанилид,

2^o,6^o-диэтил-N-/1-пиразол-1-илметил/-2-хлорацетанилид,

2^o,6^o-диэтил-N-метоксиметил-2-хлорацетанилид,

2^o-метил-6^o-этил-N-/2-метоксипроп-2-ил/-2-хлорацетанилид,

2^o-метил-6^o-этил-N-/этоксиметил/-2-хлорацетанилид,

led, d-трифлуор-2,6-диамтро-N,N-диэтил-p-толуидин,

N-/1,1-диметилпропильный/-3,5-дихлорбензоат

Киселини/Етери/Алкохоли

2,2-дихлорпропионова киселина,
2-метил-4-хлорфеноксиоцетна киселина,
2,4-дихлорфеноксиоцетна киселина,
метил-2-14-/2,4-дихлорфенокси/феноксипропионат
3-амино-2,5-дихлорбензоена киселина,
2-метокси-3,6-дихлорбензоена киселина,
2,3,6-трихлорфенилоцетна киселина,
N-1-нафтилфталова киселина,
натриев 5-12-хлор-4-/трифлуорметил/фенокси-2-нитробензоат,
4,6-динитро-с-сес-бутилфенол,
N-/фосфонметил/глицин и негови соли,
бутил /R/-2-14-1/5-/трифлуорметил/-2-пиридинил/окси/феноксипропа-
ноат;

Етери

2,4-дихлорфенол-4-нитрофенил етер,
2-хлор-5,6,6-трифлуор-р-толил-3-етоксид-4-нитродифенил етер,
5-/2-хлор-4-трифлуорметилфенокси/-N-метилсулфенил 2-нитробензоат
1'-/карботоксид/ етил 5-12-хлор-4-/трифлуорметил/фенокси-2-нитро-
бензоат

Други

2,6-дихлорбензонитрил,
мононатриев кисел метанарсенат,
динатриев метанарсенат,
2-/2-хлорфенил/метил-4,4-диметил-3-изобутилдиметилен,
7-оксибицикло /2.2.1/ хептан, 1-метил-4-/1-метилетил/-2-/2-метил-
фенилметокси/-, екзо-Глифосат и негови соли.

Торове, които могат да се използват в комбинация с ак-
тивните вещества са, например, амониев нитрат, карбамид, поташ,

и суперфосфат. Други полезни добавки са материали, в които растителните органически пускат корени и растат. Такива са компост, тор, хума, пясък и други подобни.

Пригответъето на хербицидни формулировки от споменатите вече типове е илюстрирано с няколко изпълнения, по-долу.

I. Емулсионни концентрати

	<u>Теглови %</u>
A. Съединение № 308	11.0
Свободна киселина на кондензиран органичен фосфат или ароматна, или алифатна хидрофобна основа /напр., SARAC VE-610, регистрирана търг. марка на SAR Corp./	5.59
Полиоксиметилен/полиоксипропилен блок съполимер с бутанол /напр. Tegulol XH, регистрирана търг. марка на Union Carbide Corp.	1.11
Фенол	5.34
Монохлорбензол	76.96
	<hr/> 100.00
B. Съединение № 261	25.00
Свободна киселина на кондензиран органичен фосфат на ароматна или алифатна хидрофобна основа /напр., SARAC VE-610/	5.00
Полиоксиметилен/полиоксипропилен блок съполимер с бутанол /напр., Tegulol XH/	1.60
Циклохексанон	4.75
Монохлорбензол	63.65
	<hr/> 100.00

	<u>Тегловни %</u>
В. Съединение № 291	12.0
Свободна киселина на комплексен органичен фосфат или ароматна, или алифатна хидрофобна основа /напр., SAFAC №-610/	6.0
Полиоксиметилен/полиоксипропилен блок съполимер с бутанол /напр., Tergitol XH/	1.5
Циклохексанол	5.5
Монохлорбензол	<u>76.0</u>
	100.0
Г. Съединение № 229	20.0
Свободна киселина на комплексен органичен фосфат на ароматна или алифатна хидрофобна основа /напр., SAFAC №-610/	5.0
Полиоксиметилен/полиоксипропилен блок съполимер с бутанол /напр., Tergitol XH/	2.0
Циклохексанол	5.0
Монохлорбензол	<u>68.0</u>
	100.0
Д. Съединение № 312	11.0
Свободна киселина на комплексен органичен фосфат или ароматна, или алифатна хидрофобна основа /напр., SAFAC №-610/	5.59
Полиоксиметилен/полиоксипропилен блок съполимер с бутанол /напр., Tergitol XH/	1.11

Димехокеанон	5.34
монохлорбензол	<u>76.96</u>
	100.00
Б. Съединение № 282	25.0
Свободна киселина на комплексен органичен фосфат на ароматна или алифатна хидрофобна основа /напр.,	
САРАС ЕВ-610/	5.0
Полиоксиметилен/полиоксипропилен блок съполимер с бутанол /напр.,	
Tergitol XH/	1.60
Димехокеанон	4.75
монохлорбензол	<u>63.65</u>
	100.00

II. Течни суспензионни концентрати

	<u>тегновни %</u>
А. Съединение № 261	25.0
Метилцелулоза	0.3
Аерогел на силициев диоксид	1.5
Натриев лигносулфонат	3.5
Натриев N-метил-N-олеил таурат	1.0
Вода	<u>67.7</u>
	100.0
Б. Съединение № 270	45.0
Метилцелулоза	0.3
Аерогел на силициев диоксид	1.5
Натриев лигносулфонат	3.5
Натриев N-метил-N-олеил таурат	1.0
Вода	<u>47.7</u>
	100.0

	<u>Тегловни %</u>
В. Съединение № 294	30.0
Метилцелулоза	0.3
Аерогел на силициев диоксид	1.5
Натриев лигносулфонат	3.5
Натриев N-метил-N-олеил таурат	3.0
Вода	<u>62.0</u>
	100.0
Г. Съединение № 135	23.0
Метилцелулоза	0.5
Аерогел на силициев диоксид	2.0
Натриев лигносулфонат	3.5
Натриев N-метил-N-олеил таурат	2.0
Вода	<u>69.0</u>
	100.0
Д. Съединение № 148	45.0
Метилцелулоза	0.3
Аерогел на силициев диоксид	1.5
Натриев лигносулфонат	3.5
Натриев N-метил-N-олеил таурат	1.0
Вода	<u>47.7</u>
	100.0

III. Умекрени прахове

	<u>Тегловни %</u>
А. Съединение № 261	25.0
Натриев лигносулфонат	3.0
Натриев N-метил-N-олеил таурат	1.0
Аморфен силициев диоксид /синтетичен/	<u>71.0</u>
	100.00

	<u>Теглови %</u>
Б. Съединение № 312	45.0
Натриев диоктил сулфосукцинат	1.25
Калциев лигносулфонат	1.75
Аморфен силициев диоксид /синтетичен/	<u>52.00</u>
	100.00
В. Съединение № 237	10.0
Натриев лигносулфонат	3.0
Натриев N-метил-N-олеил таурат	1.0
Каолинитова глина	<u>66.0</u>
	100.00
Г. Съединение № 283	30.0
Натриев лигносулфонат	3.0
Натриев N-метил-N-олеил таурат	1.0
Каолин	56.0
Аморфен силициев диоксид /синтетичен/	<u>10.0</u>
	100.0
Д. Съединение № 446	75.0
Натриев диоктил сулфосукцинат	1.25
Калциев лигносулфонат	1.75
Каолин	12.0
Аморфен силициев диоксид /синтетичен/	<u>10.0</u>
	100.0
Е. Съединение № 482	15.0
Натриев лигносулфонат	3.0
Натриев N-метил-N-олеил таурат	1.0
Аморфен силициев диоксид, синтетичен	10.0
Каолинитова глина	<u>71.0</u>
	100.0

IV. Гранули

	<u>Тегловни %</u>
А. Съединение № 74	15.0
Дипропиленгликол	5.0
Гранулиран атапулгит /20/40 меша/	<u>80.0</u>
	100.0
Б. Съединение № 390	15.0
Дипропиленгликол	5.0
Диатомеова пръст /20/40 меша/	<u>80.0</u>
	100.0
В. Съединение № 399	1.0
Етиленгликол	5.0
Метиленово синьо	0.1
Пирофилит	<u>93.9</u>
	100.0
Г. Съединение № 398	5.0
Етиленгликол	5.0
Пирофилит /20/40 меша/	<u>90.0</u>
	100.00
Д. Съединение № 312	15.0
Пропиленгликол	5.0
Гранулиран атапулгит /20/40 меша/	<u>80.0</u>
	100.0
Е. Съединение № 324	25.0
Диатомеова пръст /20/40 меша/	<u>75.0</u>
	100.0
Ж. Съединение № 261	5.0
Етиленгликол	5.0
Метиленово синьо	0.5
Пирофилит	<u>94.5</u>
	100.0

	<u>Тегловни %</u>
З. Съединение № 262	10.0
Пропиленгликол	5.0
Пиродимит /20/40/	<u>85.0</u>
	100.0

V. Суспензионни концентрати

А. Съединение № 262	16.0
Етоксилиран нонилфенол 9.5 мола	
EO Sigeox NJ	13.8
Натриев лигносулфонат / Беак 88В/	12.2
Вода	<u>58.0</u>
	100.0

Б. Съединение № 446	32.5
Калиева сол на кондензат на нафталиносулфонат и формалдехид	
/D AXAD 11 KLS /	9.0
Етоксилиран нонилфенол 10 мола EO	
/ГераЛ СО-660/	9.0
Вода	<u>49.5</u>
	100.0

В. Съединение № 76	10.0
Натриев диметилсулфосульфидат	
Аерозол ОТВ	11.0
Рициново масло + 36 мола EO	
/Fieno 33/	11.0
Вода	<u>70.0</u>
	100.0

Г. Съединение № 261	15.0
Етоксилиран нонилфенол 9.5 мола	
EO, Sigeox NJ	1.0
Натриев лигносулфонат /Беак 88В/	5.0

	<u>Тегловни %</u>
Вода	<u>79.0</u>
	100.0
Д. Съединение № 290	30.0
Калиева сол на кондензатна мафта- линеосулфонат с формалдехид /ТАХАД 11 КИС/ Етоксиглиран номилфенос 10 мола ЕО	4.0
ТерраЛ СО-660	2.0
Вода	<u>64.0</u>
	100.0
Е. Съединение № 135	18.0
Етоксиглиран номилфенос 9,5 мола ЕО	
Stegox NJ	14.0
Натриев лигносулфонат /Бокх 88В/ Вода	12.0
	<u>56.0</u>
	100.0
К. Съединение № 148	34.0
Калиева сол на кондензат на мафта- линеосулфонат и формалдехид /ТАХАД 220/ Етоксиглиран номилфенос 10 мола ЕО	8.0
/ТерраЛ СО-660/ Вода	10.0
	<u>48.0</u>
	100.0
З. Съединение № 482	14.0
Натриев диоктилсулфосукцинат /Аеросол ОТВ/ Рициново масло + 36 мола ЕО	3.0
/РФоне 36/ Вода	3.0
	<u>80.0</u>
	100.0

VI. ТЪЧНИ КОНЦЕНТРАТИ

	<u>Теглоове %</u>
А. Съединение № 76	20.0
Конзол	<u>80.0</u>
	100.0
Б. Съединение № 229	10.0
Конзол	<u>90.0</u>
	100.0
В. Съединение № 217	25.0
Конзол	<u>75.0</u>
	100.0
Г. Съединение № 482	15.0
Конзол	<u>85.0</u>
	100.0

VII. МИКРОКАПСУЛИ

А. Съединение № 135, капсуловано в поликарбамидна обвивка	4.5
Векс [®] С-21	1.5
NaCl	5.0
Вода	<u>80.0</u>
	100.0
Б. Съединение № 137, капсуловано в поликарбамидна обвивка	20.0
Векс [®] 88В	2.0
NaNO ₃	10.0
Конзол	30.0
Вода	<u>38.0</u>
	100.0
В. Съединение № 138, капсуловано в поликарбамидна обвивка	4.8
Векс [®] 88В	1.2

	<u>Теглови %</u>
MgAlO_3	5.0
Керосин	20.0
Вода	<u>69.0</u>
	100.0
Г. Съединение № 148, капсуловано	
в карбамидформалдехидна поли-	
мерна обвивка	
Вещ ^Р С-21	1.5
NaCl	8.5
Петроло масло /Дромитин 200/	20.0
Вода	<u>20.0</u>
	100.0
Д. Съединение № 229, капсуловано	
в твекарбамид-формалдехидна об-	
вивка	
Вещ ^Р С-21	2.0
NaCl	8.0
Комкон	30.0
Вода	<u>30.0</u>
	100.0
И. Съединение № 261, капсуловано	
в поликарбамидна обвивка	
Вещ ^Р 88В	1.5
NaCl	8.0
Агромаде 200	30.0
Вода	<u>58.0</u>
	100.0
Л. Съединение № 308, капсуловано в	
меламин-формалдехиден съполимер	
Вещ 88В	2.0

	<u>Теглови %</u>
NaNO_3	10.0
Керосин	40.0
Вода	<u>30.0</u>
	100.0
3. Съединение F 446, капсулирано в карбамидформалдехидна обвивка	
Реак ^А 88В	10.0
NaNO_3	8.0
Керосин	42.0
Вода	<u>25.0</u>
	100.0
И. Съединение F 312, капсулирано в поликарбамидна обвивка	
Реак ^А 88В	22.0
NaCl	8.0
Керосин	35.0
Вода	<u>33.0</u>
	100.0

Когато се работи, съгласно изобретението, ефективни количества от активните съединения се прилагат към почвата, съдържаща семена та или вегетативните пронагули или се инкорпират в почвената среда по някой от обичайните начини. Прилагането на течни и смесени твърди състави към почвата може да се проведе по традиционни метод, като например, чрез използване на прахоразпръскачки, ръчни пръскачки и прашало-пръскачки. Препаратите могат да се прилагат и от самолет под формата на прах или чрез пръскане, тъй като това осигурява добра ефективност при ниски дози. Точното количество активен ingredient, което трябва да се приложи, се определя от различни фактори, имено, растителния вид, етапа на развитие на растението, типа и съ-

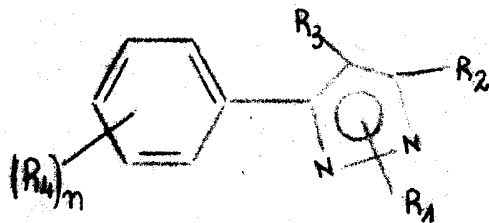
тошмето на почвата, количеството на надналите вакази и конкретните използвани активни съединения. Обикновено, за да е ефективно предпосевното приложение или това към почвата, се работи с дози от 0.02 до 11.2 кг/ха, за предпосевните от 0.1 до 5.60 кг/ха. В някои случаи са необходими по-ниски или по-високи норми. Специалистът в тази област лесно може да определи оптималната разходна норма за всеки конкретен случай, като има пред вид описанието на изобретението, включително и горедадените примери.

Терминът "почва" се използва в неговия най-широк смисъл, за да включва всички общоприети типове "почва", както са определени в *Webster's New International Dictionary, 2-nd edition /1961/*. И така, терминът се отнася до всяко вещество или среда, в която растителността може да се вкорени и се развива, като тук се включват и компоста, торовете, хумус, пясъчлива глина, тиня, кал, глина, цясък и други подобни, подходящи да поддържат растежа на растението.

Независимо от детайлното описание на конкретните изобретения, то не ограничава възможностите за прилагане на обектите на изобретението. Могат да се прилагат различни еквиваленти, промени и модификации, които не нарушават обхвата на изобретението, и са също част от изобретението.

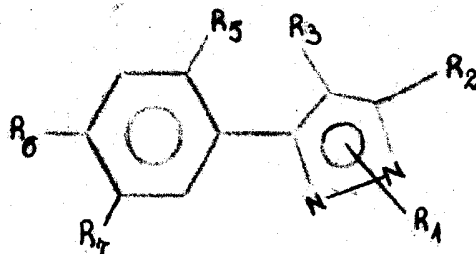
ПАТЕНТНИ ПРЕТЕНЦИИ

1. Съединения с формула I:



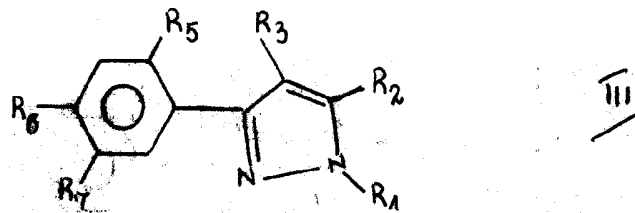
и техните земеделски приемливи соли и хидрати, като във формула I R_1 означава C_{1-8} алкил; C_{2-6} циклоалкил, циклоалконил, циклоалкилалкил, или циклоалконилалкил; C_{2-8} алкоенил или алкинил; бензил; или в този смисъл означения може да бъде заместен с халоген, амино, нитро, циано, хидроксил, алкокси, алкилтио или с някоя от групите $-C(R)_2$, $-C(R)X$, $-CH_2$, NR_{10} или $NR_{11}R_{12}$; R_2 е C_{1-5} халоалкил; R_3 е халоген; R_4 има значенията, дадени за R_1 или означава тиоалкил, алкоксиалкил или полиалкоксиалкил, карбонил, халоген, амино, нитро, циано, хидроксил, C_{1-10} хетероцикъл, съдържащ O, S/O/m и/или NR₁₈ хетеро атом, C_{6-12} арил, аранкил, или алкирил, или групите $-C(R)_2$, $-C(R)X$, $-CH_2$, NR_{15} или $NR_{16}R_{17}$. или всеки две R_4 групи могат да бъдат свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, $-C(X)-$, и/или хетеро O, S/O/m и/или групата NR₁₈, като образуват циклически пръстен, включващ до 9 члена, които могат да бъдат заместени с всяка от групите R_4 ; X е O, S/O/m, NR₁₉ или $SR_{20}R_{21}$; Y е O, S/O/m или NR₂₂; R_{3-22} означават водород или имат значенията, дадени за една от групите R_4 ; m е цяло число от 0 до 2, а n е от 1 до 5.

2. Съединения с формула II:



и техните земеделски приемливи соли и хидратите им, като във формула II R_1 означава C_{1-5} алкил, алкилно, алкоксиалкил, C_{2-4} алилен, бензил като тези групи могат да бъдат заместени по желание с халоген, амино, нитро, циано, хидрокси или с групата $-C-\underset{\text{X}}{\text{UR}_{10}}$; R_2 , R_3 , X, Y и R_8 имат значенията, дадени в а формула I; R_5 е халоген или водород; R_6 и R_7 имат значенията, дадени за R_4 във формула I.

3. Съединения с формула III:



и техните земеделски приемливи соли и хидратите им, като във формула III R_1 означава C_{1-5} алкил; R_2 , R_3 и R_5 имат дадените по-горе значения; R_6 е халоген, нитро, циано, UR_{10} и R_7 е водород или има значенията, дадени за R_4 , или R_6 и R_7 са свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, $-C-X-$, и/или хетеро O, S/O_m и/или групата NR_{18} , като образуват цикличен пръстен, включващ до 9 члена, кои то могат да бъдат заместени с всяка от групите R_4 , при условие, че когато връзката е групата $-C-\underset{O}{NR_{18}}$, то образуваният пръстен е поне 6-членен и X, Y, R_{18} и m имат дадените вече значения.

4. Съединения, соли и хидрати, съгласно претенция 3, в които R_1 е метилов радикал; R_2 е CF_3 , CF_2Cl или CF_2H ; R_3 е хлорен или бромнен атом; R_5 е флуорен атом; R_6 е хлорен атом; R_7 е една от групите пропаргилокси, алкокси, полналкокси, $OCH/R_{23}/COR_{24}$, където R_{23} е водород, метил или етил и R_{24} е UR_{10} или $NR_{11}R_{12}$; R_6 и R_7 са свързани посредством групата $-OCH_2/C=O/N/R_{18}$, като се образува кондензиран 6-членен пръстен и Y, $R_{10}-R_{12}$ и R_{16} имат дадените вече значения.

5. Съединение, съгласно претенция 4, избрано от групата, състояща се от: 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилоксибензил/-1-метил-5-/трифлуоретил/-1H-пиразол; 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/три

флуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/пропанова киселина, етил
лов естер; 1-метилетиллов естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/три-
флуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; 4-хлор
-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиметокси/фенил/1-метил-5-/трифлуорметил
-1H-пиразол; 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиметокси/фенил/-1-ме-
тил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол; 1,1-диметилетиллов естер на /2-
хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфен
окси/оцетна киселина; /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-
1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; 2-етокси-1-метил-
2-оксоетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-
пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина; 2-метокси-1-метил-2-оксоети
лов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3
ил/-4-флуорбензоена киселина; етиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-ме
тил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина;
1-метилетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-
1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина и 6-/4-хлор-1-метил-5-/три-
флуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропинил/-2H-1,4-бензокса-
зин-3-/4H/-он.

6. 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропарилметокифенил/-1-ме-
тил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол.

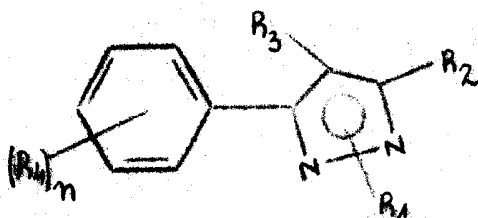
7. 1-метилетиллов естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-
/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина.

8. 2-метокси-1-метил-2-оксоетиллов естер на 2-хлор-5-/4-
хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена кисе-
лина.

9. 1-метилетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/три-
флуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина.

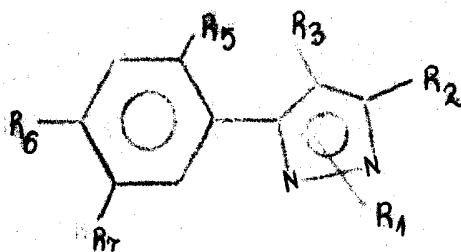
10. 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-
7-флуор-4-/2-пропинил/-2H-1,4-бензоксазин-3-/4H/-он.

11. Хербицидно средство, характеризиращо се с това, че съдържа добавки и хербицидно-ефективно количество от съединение с формула I:



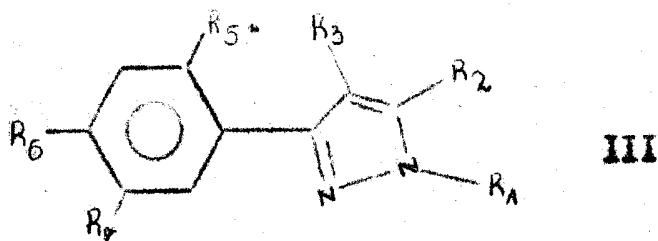
и неговии земеделски-приемливи соли и хидратите му, като във формула I R_1 означава C_{1-8} алкили; C_{3-8} циклоалкили, циклоалкенили, циклоалкилалкили, или циклоалкенилалкили; C_{2-8} алкенили или алкинили; бензил; като изброевите групи могат да бъдат заместени по желание с халоген, амини, нитро, циано, хидрокси, алкокси, алкилтио, или с някои от групите $-C \begin{matrix} \text{X} \\ \text{X} \end{matrix} R_9$, $-C \begin{matrix} \text{X} \\ \text{X} \end{matrix} R_{10}$ или $NR_{11}R_{12}$; R_2 е C_{1-5} халоалкил; R_3 е халоген; R_4 има значенията, дадени за R_1 или означава тиоалкил, алкоксалкил или полиалкоксалкил, карбамил, халоген, амини, нитро, циано, хидрокси, C_{1-10} хетероцикли, съдържащ O, S/O/m и/или NR₁₈ хетеро атоми, C_{6-12} арил, арилалкил или алкарил, или групите $-C \begin{matrix} \text{X} \\ \text{X} \end{matrix} R_{13}$, $-C \begin{matrix} \text{X} \\ \text{X} \end{matrix} R_{14}$, UR_{15} или $NR_{16}R_{17}$, или всеки две R_4 групи са свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, $-C-X-$, и/или хетеро O, S/O/m и/или NR₁₈, като образуват цикличен пръстен, включващ до 9 члена, които могат да бъдат заместени с всяка от групите R_4 ; X е O, S/O/m, NR₁₉ или CR₂₀; R_{21} ; Y е O, S/O/m или NR₂₂; R_{23-22} означават водород или имат значенията, дадени за R_4 ; m е 0-2 и n е 1 до 5.

12. Хербицидно средство, характеризиращо се с това, че съдържа добавки и хербицидно-ефективно количество от съединение с формула II:



негови земеделски-приемливи соли и хидратите му, като във формула II R_1 означава C_{1-5} алкил, алкилтио, алкоксалкил, C_{2-4} алкенил, бензил, които групи могат да бъдат заместени, по желание, с халоген, амино, нитро, циано, хидрокси или с групата $-C-UR_3$; R_2 , R_3 , X, Y и R_8 имат значенията, дадени за формула I; R_5 е халоген или водород; R_6 и R_7 имат значенията, дадени за R_4 във формула I.

13. Средство, съгласно претенция 12, характеризирано се с това, че във формула II заместеният фенолов радикал е на трето място в заместения пиразолов остатък, като съединенията са с формула III:



техните земеделски-приемливи соли и хидратите им и във формула III R_1 означава C_{1-5} алкил; R_2 , R_3 и R_5 имат определените вече значения; R_6 е халоген, нитро, циано, UR_{10} и R_7 е водород или има значенията, дадени за R_4 или R_6 и R_7 са свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, $-C-X-$, и/или хетеро O, S/O_m и/или NR_{18} като образуват цикличен пръстен, включващ до 9 члена, които могат да бъдат заместени с които и да е от R_4 радикалите; X, Y, R_{18} и m имат по-горе определените значения.

14. Средство, съгласно претенция 13, характеризирано се с това, че във формула III R_1 означава метил; R_2 е CF_3 , CF_2Cl или CF_2H ; R_3 е хлор или бром; R_5 е флуор; R_6 е хлор; R_7 е пропаргилокси, алилокси, полиалилокси, $OCH/R_{23}/COR_{24}$, където R_{23} е водород, метил или етил и R_{24} е UR_{10} или $NR_{11}R_{12}$; R_6 и R_7 са свързани посредством връзката $-OCH_2/C=O/N-/R_{18}/$ и образуват кондензирано 6-членно ядро, а Y, R_{10} - R_{12} и R_{18} имат вече посочените значения.

15. Средство, съгласно претенция 14, характеризирано се

с това, че съединението е избрано от групата, включваща: 4-хлор-3-
/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилноксифенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-
пиразол; етилов естер на 2-/2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/пропанова киселина; 1-метилетилов естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиетокси/фенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол; 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиетокси/фенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол; /N,N-1-диметилетилов естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; 2-етокси-1-метил-2-оксоетилов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; 2-метокси-1-метил-2-оксоетилов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина; етилов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина; 1-метилетилов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина и 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропилил/-2H-1,4-бензоксазин-3-/4H/-он.

16. Средство, характеризиращо се с това, че съдържа хербицидно-ефективно количество от 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилноксифенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол и инертна добавка.

17. Средство, характеризиращо се с това, че съдържа хербицидно-ефективно количество от 1-метилетилов естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина и инертна добавка.

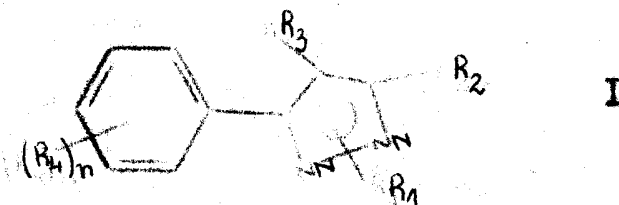
18. Средство, характеризиращо се с това, че съдържа ефективно количество от 2-метокси-1-метил-2-оксоетилов естер на 2-хлор

-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина и инертна добавка.

19. Средство, характеризиращо се с това, че съдържа хербицидно-ефективно количество от 1-метилетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-3-ил/-4-флуорбензоена киселина и инертна добавка.

20. Средство, характеризиращо се с това, че съдържа хербицидно-ефективно количество от 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропилил/-2H-1,4-бензоксазин-3-/4H/-ил и инертна добавка.

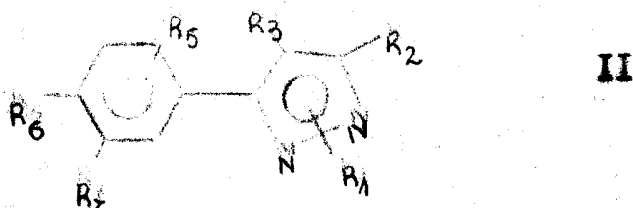
21. Метод за борба с нежелана растителност в културни растения, характеризиращ се с това, че към мястото, където се развиват растенията, се прилага хербицидно-ефективно количество от съединение с формула I:



неговa земеделски приемлива сол или хидрата му, като във формула I R_1 означава C_{1-8} алкили; C_{3-8} циклоалкили, циклоалкенили, циклоалкилалкили, или циклоалкенилалкили; C_{2-8} алкенили или алкинили; бензил; като изброените групи могат да бъдат заместени с халоген, amino, нитро, циано, хидроксил, алкокси, алкилтио, или с някоя от групите $-C(R)_3$, $-C(R)_2$, UR_{10} или $NR_{11}R_{12}$; R_2 е C_{1-6} халоалкили; R_3 е халоген, R_4 има значенията, дадени за R_1 или означава тиоалкили, алкоксиалкили или полиалкоксиалкили карбами, халоген, amino, нитро, циано, хидроксил, C_{1-10} хетероцикъл, съдържащ хетеро атомите: O, S/O_m и/или NR₁₈, C_{6-12} арил, аракили, или алкарли, някоя от групите $-C(R)_3$, $-C(R)_2$, UR_{15} или $NR_{16}R_{17}$, или кои да е две R_4 групи са свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, $-C(X)-$, и/или хетеро O, S/O_m и/или NR₁₈

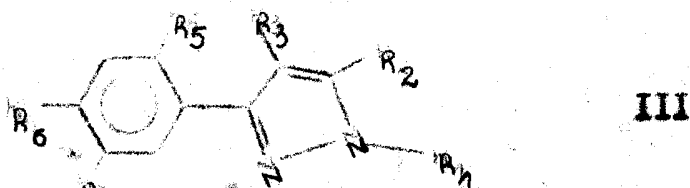
като образуват цикличен пръстен, включващ до 9 члена, които могат да бъдат заместени с всяка от групите R_4 ; X е O , $S/O/m$, NR_{19} или CR_{20}^- ; R_{21} ; Y е O , $S/O/m$ или NR_{22} ; R_{3-22} означават водород или имат значенията, дадени за R_4 ; m е от 0 до 2 и n е от 1 до 5.

22. Метод, съгласно претенция 21, характеризиращ се с това, че съединенията са с формула II



техни земеделски приемливи соли и хидратите им, като във формула II R_1 е C_{1-5} алкил, алкилтио, алкоксалкил, C_{2-4} алкенил, бензил, които са заместени, по желание, с халоген, амино, нитро, циано, хидроксил или с групата $-C-UR_8$; R_2 , R_3 , X , Y и R_8 имат значенията, дадени за формула I; R_5 е халоген или водород; R_6 и R_7 имат значенията, дадени за R_4 във формула I.

23. Метод, съгласно претенция 22, характеризиращ се с това, че във формула II заместеният фенолов радикал е на 3-то място в заместения пиразолов остатък и съединенията са с формула III:



техни земеделски приемливи соли и хидратите им, като във формула III R_1 е C_{1-5} алкил; R_2 , R_3 и R_5 имат вече определените значения; R_6 е халоген, нитро, циано, UR_{10} и R_7 е водород или има значенията, дадени за R_4 , или R_6 и R_7 са свързани посредством наситена и/или ненаситена въглеродна връзка, $-C-X-$, и/или хетеро O , $S/O/m$ и/или NR_{18} , като образуват цикличен пръстен, включващ до 9 члена, които могат да бъдат заместени с един от R_4 радикалите, при условие, че когато връзката е посредством групата $-CO-NR_{18}$, то затвореният пръстен е най-малко 6 членен и X , Y , R_{18} и m имат предварително определените значения.

24. Метод, съгласно претенция 23, характеризирая се с това, че във формула III R_1 означава метил; R_2 е CF_3 , CF_2Cl или CF_2H ; R_3 е хлор или бром; R_5 е флуор; R_6 е хлор; R_7 е пропаргилмокс, аминокси, полиаминокси, $OCH/R_{23}/COH_{24}$, където R_{23} е водород, метил или етил и R_{24} е NR_{10} или $NR_{11}R_{12}$; R_6 и R_7 са свързани посредством групата $-OCH_2/C=O/N/R_{18}/$, като се получава кондензиран 6-членен пръстен U , R_{10} - R_{12} и R_{18} имат дадените вече значения.

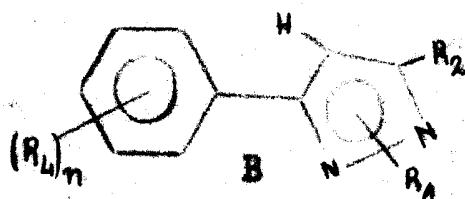
25. Метод, съгласно претенция 24, характеризирая се с това, че съединението е избрано от групата, състояща се от: 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилмоксифенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол; етилов естер на 2-/2-флуор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/пропанова киселина; 1-метилетил естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиметокси/фенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол; 4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-/метоксиметокси/фенил/-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол; 1,1-диметилетил естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорфенокси/оцетна киселина; 2-етокси-1-метил-2-оксоетил естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина; 2-метокси-1-метил-2-оксоетил естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина; етилов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина; 1-метилетил естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоена киселина; и 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропили-2H-1,4-бензоксазин-3 -/4H/-он.

26. Метод, съгласно претенция 24, характеризирая се с това, че съединението с обща формула III е избрано от групата, включва

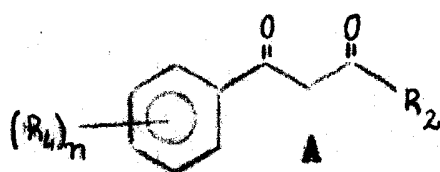
4-хлор-3-/4-хлор-2-флуор-5-пропаргилноксиденил/-1-метил-5-трифлуорметил-1H-пиразол; 1-метилетиллов естер на /2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоил/оцетна киселина; 2-метокси-1-метил-2-оксоетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоилна киселина; 1-метилетиллов естер на 2-хлор-5-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил/-1H-пиразол-3-ил/-4-флуорбензоилна киселина; и 6-/4-хлор-1-метил-5-/трифлуорметил-1H-пиразол-3-ил/-7-флуор-4-/2-пропинил/-2H-1,4-бензоксазин-3-/CH₃-он.

27. Метод, съгласно претенция 24, характеризиращ се с това, че културните растения са соя, памук, царевича, пшеница или ечемик.

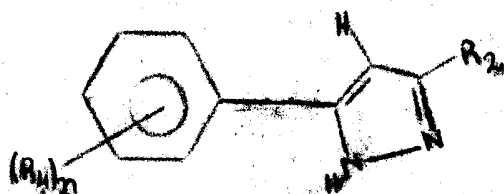
28. Метод за получаване на съединения с формула В



характеризиращ се с това, че съединение с формула А



взаимодейства със заместен или незаместен хидразин; при условие, че когато хидразинът е незаместен, полученото съединение с формула С



се акцилира, като в горните формули R₁, R₂, R₄ и n имат преди това определените значения.

29. Метод, съгласно претенция 28, характеризиращ се с

това, че основното позиционно-изомерно съединение е формула В е 1-актил-3-арил-5-халогенхипиразол.

30. Метод, съгласно претенция 29, характеризира се с това, че алкилирането се провежда в присъствие на основа.

31. Метод, съгласно претенция 30, характеризира се с това, че R_1 е метилова група, R_2 е CF_3 , CF_2Cl или CF_2H и R_4 има вече дадените значения.

32. Метод, съгласно претенция 31, характеризира се с това, че R_4/n означават, независимо едни от друг, халоген, нитро, UN_{15} и C_{1-6} алкил, където N_{15} има предварително определените значения и n е цяло число от 1 до 3.

33. Метод за получаване на съединения с формула I, характеризира се с това, че съединения с формула В взаимодействат с халогениращ агент, като R_1-R_4 и n във формула В имат по-горе определените значения.

34. Метод, съгласно претенция 33, характеризира се с това, че съединенията с формула I са съединения, които се включват във формула III, в която R_1-R_7 имат вече определените значения, при условие, че R_6 може да бъде и водород.

35. Метод, съгласно претенция 34, характеризира се с това, че R_1 е метилов радикал, R_2 е CF_3 , CF_2Cl или CF_2H , R_3 е хлорен или бромов атом, R_5 означава флуорен атом и R_6 и R_7 имат определените преди това значения.

36. Метод за получаване на съединения с формула III, в която R_1 , R_2 , R_3 и R_5 са определени предварително, характеризира се с това, че съответните прекурсори с формула III, в която R_6 или R_7 е UN или $-UN_{16}R_{17}$, където U , R_{16} и R_{17} имат вече дадените значения, взаимодействат с алкилиращ или ацилиращ агент.

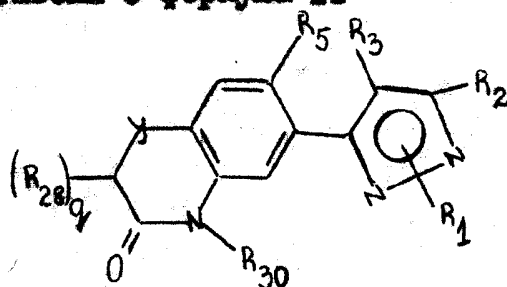
37. Метод, съгласно претенция 36, характеризира се с то-

ва, че реакцията е алкилиране.

38. Метод, съгласно претенция 37, характеризира се с това, че в съединението с формула III R_7 е $-UR_{15}$, където R_{15} е алкил, алкенил, алкинил, алкокси или полиалкокси-група, съдържаща до 10 въглеродни атома или R_7 е $-USn_{2-p}/R_{25}^p/COUR_{27}$, където p е от 0 до 2, U има значенията, определени за формула I и R_{25} и R_{27} имат значенията, определени за R_4 във формула I.

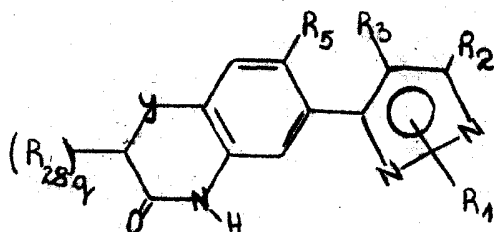
39. Метод, съгласно претенция 38, характеризира се с това, че в прекурсора с формула III R_7 е OH , а във формула III R_7 е пропаргилокси, $OSn/CH_2/CO_2C_2H_5$, $OSn_2CO_2CH/CH_2/2$ или OSn_2CO_2H .

40. Метод за получаване на част от съединения с формула III, представени с формула N



N

характеризира се с това, че съединения с формула M



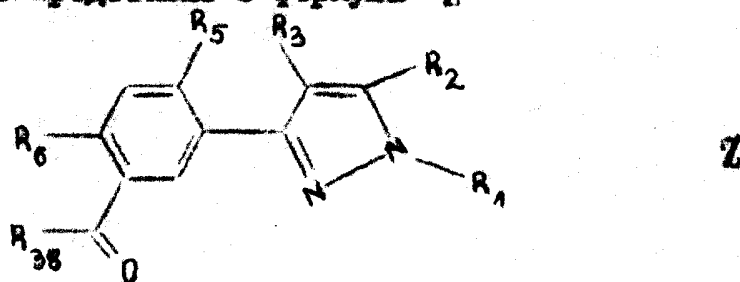
M

в която R_1-R_3 , R_5 , R_{28} , R_{30} и q имат предварително дадените значения се алкилират.

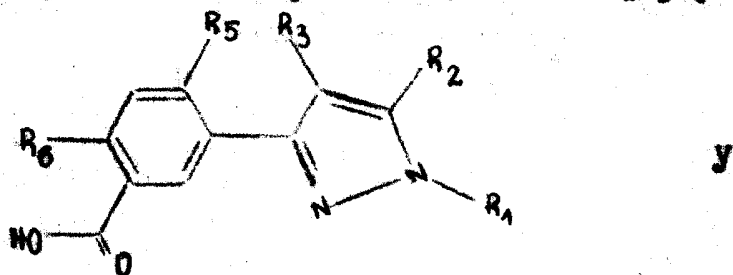
41. Методу съгласно претенция 40, характеризира се с това, че R_{30} е алкилов, алкенилов или алкинилов радикал с до 5 въглеродни атома или че тези радикали са заместени с $-C-UR_{13}$, където X , Y и R_{13} са предварително определени.

42. Метод, съгласно претенция 41, характеризира се с това, че R_{30} означава пропаргилова група.

43. Метод за получаване на съединения с формула III, които могат да се представят с формула Z



характеризиращ се с това, че съединения с формула Y



в които R_1 - R_3 , R_5 , R_6 и R_{33} имат предварително дадените значения се превръщат в съединения с формула Z.

44. Метод, съгласно претенция 43, характеризиращ се с това, че във формула Z, R_{33} е OC_{1-5} алкилова група, по желание, заместена с групата $-C-\underset{\text{X}}{NH_2}$, в която X, Y и R_{33} са определени предварително.

45. Метод, съгласно претенция 44, характеризиращ се с това, че R_{33} означава $OCN/CH_2/2$ или $OCN/CH_2/CO_2CH_3$.