

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C07D 487/04 (2018.08); A01N 25/32 (2018.08)

(21)(22) Заявка: 2018125402, 10.07.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
10.07.2018Дата регистрации:
02.04.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 10.07.2018

(45) Опубликовано: 02.04.2019 Бюл. № 10

Адрес для переписки:

350044, г. Краснодар, ул. Калинина, 13,
Кубанский ГАУ, отдел организации и
сопровождения научной деятельности

(72) Автор(ы):

Дмитриева Ирина Геннадиевна (RU),
Дядюченко Людмила Всеволодовна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Кубанский государственный
аграрный университет имени И.Т.
Трубилина" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2542759 С2, 27.02.2015.Чкаников Д. И., Соколов М. С.
"Гербицидное действие 2,4-Д и других
галоидфеноксикислот", М.: Наука, 1973. СN
1962662 А, 16.05.2007.

(54) N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)-2-(4,6-диметил[1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-ил-сульфанил)ацетамид в качестве антидота 2,4-Д на подсолнечнике

(57) Реферат:

Изобретение относится к N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)-2-(4,6-диметил[1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-ил-сульфанил)ацетамиду, который проявляет антидотную активность по отношению к 2,4-дихлорфеноксисукусной кислоте на

подсолнечнике. Технический результат: расширение ряда биологически активных веществ, полученных синтетическим путем, для их применения в сельском хозяйстве в качестве антидотов. 1 табл., 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C07D 487/04 (2006.01)
A01N 25/32 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C07D 487/04 (2018.08); A01N 25/32 (2018.08)

(21)(22) Application: **2018125402, 10.07.2018**

(24) Effective date for property rights:
10.07.2018

Registration date:
02.04.2019

Priority:

(22) Date of filing: **10.07.2018**

(45) Date of publication: **02.04.2019** Bull. № 10

Mail address:

**350044, g. Krasnodar, ul. Kalinina, 13, Kubanskij
GAU, otdel organizatsii i soprovozhdeniya
nauchnoj deyatel'nosti**

(72) Inventor(s):

**Dmitrieva Irina Gennadievna (RU),
Dyadyuchenko Lyudmila Vsevolodovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Kubanskij gosudarstvennyj
agrarnyj universitet imeni I.T. Trubilina" (RU)**

(54) **N-(3-CHLORO-2,6-DIETHYLPHENIL)-2-(4,6-DIMETHYL[1,2,4]TRIAZOLO[1,5-A]PYRIMIDIN-2-YL-SULFANIL)ACETAMID AS ANTIDOTE 2,4-D ON SUNFLOWER**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to N-(3-chloro-2,6-diethylphenyl)-2-(4,6-dimethyl[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyrimidin-2-yl-sulfanyl)acetamide, which exhibits antidote activity against 2,4-dichlorophenoxyacetic acid

on sunflower.

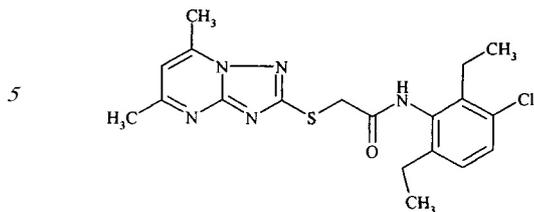
EFFECT: expansion of a number of biologically active substances obtained synthetically, for their use in agriculture as antidotes.

1 cl, 1 tbl, 3 ex

C 1
2 6 8 3 7 9 2
R U

R U
2 6 8 3 7 9 2
C 1

Изобретение относится к новому синтетическому, химическому биологически активному веществу из ряда гетероциклических соединений формулы 1:



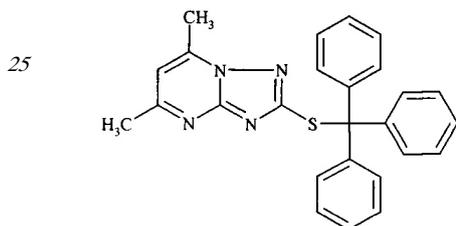
1

10 защищающему растения подсолнечника от фитотоксического действия гербицида 2,4-дихлорорфеноксиуксусной кислоты (антидоту).

Как известно, подсолнечник является чрезвычайно чувствительной культурой к гербицидам группы 2,4-Д, и, в случаях непреднамеренного попадания гербицида на его посе-
15 вы, потери могут составлять, в зависимости от дозы, до 100% [Д.И. Чкаников, М С Соколов. Гербицидное действие 2,4-Д и других галоидфеноксикислот, М.: Наука, 1973].

До сих пор защита вегетирующих растений подсолнечника от повреждающего действия 2,4-Д остается актуальной и нерешенной.

Наиболее близким аналогом по структуре и свойствам заявляемому соединению
20 является 2-трифенилметилтио-4,6-диметилтриазоло-[1,5-а]пиримидин [Стрелков В.Д., Дядюченко Л.В., Надыкта В.Д. и др. «Способ защиты вегетирующих растений подсолнечника от повреждающего действия 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты», пат. РФ №2542759 от 27.02.2015 г. Заявка 2013132673/13 от 15.07.13] формулы 2:



30 2

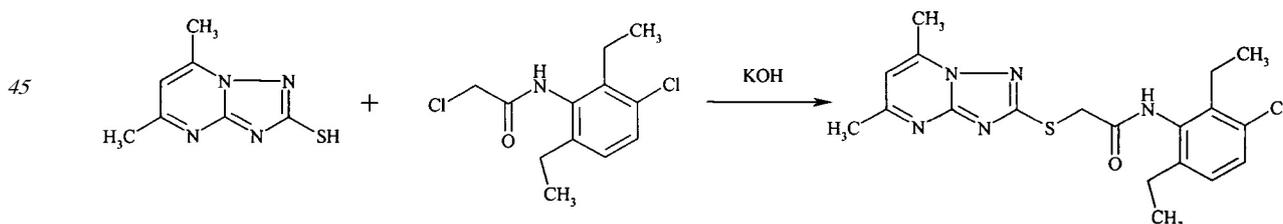
Недостатком антидота 2 (прототип) является его высокая доза применения (200 г/ га) и невысокий антидотный эффект (29%).

35 Задачей настоящего изобретения является расширение арсенала биологически активных веществ, полученных синтетическим путем, для их применения в сельском хозяйстве в качестве антидотов.

Техническим результатом изобретения является защита вегетирующих растений подсолнечника от повреждающего действия 2,4-Д, выражающаяся в повышении урожайности по сравнению с обработанным гербицидом контролем.

40 Этот результат достигается применением N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)-2-(4,6-диметил [1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-ил-сульфанил)ацетамида 1 на поврежденных гербицидом вегетирующих растениях подсолнечника.

Синтез антидота впервые осуществлен авторами по схеме:



Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1 N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)-2-(4,6-диметил[1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-ил-сульфанил)ацетамид (соединение 1).

К суспензии 0,8 г (4,0 ммоль) 4,6-диметилтриазоло-[1,5-а]пиримидин-2тиола в 10 мл ДМФА приливают раствор 0,25 г (4,0 ммоль) КОН в минимальном количестве воды, перемешивают при комнатной температуре 10 минут, затем прибавляют раствор 1,05 г (3,9 ммоль) N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)амида хлоруксусной кислоты в 10 мл ДМФА и продолжают перемешивание еще 1,5-2 ч. Реакционную массу разбавляют водой вдвое, выделившийся осадок отфильтровывают, промывают водой, сушат. После перекристаллизации из этанола получают 1,55 г (71%) целевого продукта I в виде кристаллов с т. пл. 176-177°C.

Найдено, %: С 56,31; Н 5,52; N 17,18. $C_{19}H_{22}ClN_5OS$;

Вычислено, %: С 56,50; Н 5,49; N 17,34.

Спектр ЯМР 1H , δ , м.д. (группа): 1,06 (3H, т, 6- CH_2CH_3); 1,12 (3H, т, 2- CH_2CH_3); 2,52 (3H, кв, 6- CH_2CH_3); 2,60 (3H, с, 6- CH_3); 2,72 (3H, кв, 2- CH_2CH_3); 2,79 (3H, с, 4- CH_3); 3,74 (2H, с, SCH_2); 6,43 (1H, с, 5-H); 6,98...7,31 (3H, м, Ar-H).

Пример 2. 2-Трифенилметилтио-4,6-диметилтриазоло-[1,5-а]пиримидин (соединение 2, прототип).

К суспензии 0,7 г (3,9 ммоль) 4,6-диметилтриазоло-[1,5-а]пиримидин-2тиола в 10 мл ДМФА приливают раствор 0,22 г (3,9 ммоль) КОН в минимальном количестве воды, перемешивают при комнатной температуре 10 минут, затем прибавляют раствор 1,09 г (3,9 ммоль) трифенилхлорметана в 10 мл ДМФА и продолжают перемешивание еще 2 ч. Реакционную массу разбавляют водой вдвое, выделившийся осадок отфильтровывают, промывают водой, сушат. После перекристаллизации из смеси этанол: ДМФА=3:1 получают 1,30 г (80%) целевого продукта I в виде кристаллов с т. пл. 201-202°C.

Найдено, %: С 73,66; Н 5,12; N 13,41. $C_{26}H_{22}N_4S$;

Вычислено, %: С 73,90; Н 5,25; N 13,26.

Спектр ЯМР 1H , δ , м.д. (группа): 2,58 (3H, с, 4- CH_3); 2,78 (3H, с, 6- CH_3); 6,42 (1H, с, 5-H); 7,08...7,36 (15H, м, Ar-H).

Пример 3. Оценка соединений на антидотную активность на растениях подсолнечника в условиях полевого опыта.

Оценку антидотной активности заявляемого соединения 1 и прототипа (соединение 2) осуществляли на экспериментальном поле ВНИИБЗР. Испытания проводили по следующей методике.

В полевых условиях растения подсолнечника сорта Родник в фазу 10-16 листьев обрабатывали бутиловым эфиром 2,4-дихлорфеноксисукусной кислоты в дозе 18 г/га и через 1 сутки наносили раствор антидота в дозе 30 г/га с нормой расхода рабочей жидкости 300 л/га.

В опыте предусмотрены следующие варианты:

- контроль - необработанные растения;
- «гербицид» (эталон) - растения обработанные гербицидом;
- «гербицид + антидот» - растения обработанные гербицидом и антидотом.

Опыты проводили на делянках площадью 2,8 м², повторность пятикратная. Уборку урожая подсолнечника проводили в момент полного созревания семян.

Антидотный эффект определяли по абсолютной величине прибавки урожая к

гербицидному эталону и в процентах по формуле:

$$A_x = \frac{A - Э}{Э} \times 100,$$

где A_x - антидотный эффект, %;

А - урожай в варианте антидот + гербицид;

Э - урожай в варианте эталон (гербицид).

Полученные данные статистически обработаны с использованием t-критерия Стьюдента.

Результаты испытаний представлены в таблице.

Таблица

Антидотная N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)-2-(4,6-диметил[1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-ил-сульфанил)ацетамид в качестве антидота 2,4-Д на подсолнечнике

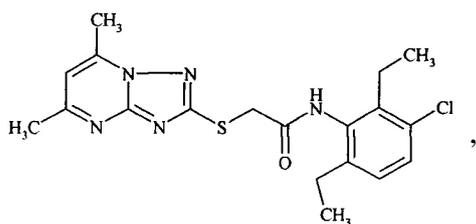
Антидот	Доза антидота, г/га	Варианты опыта				
		контроль	2,4-Д (эталон)	2,4-Д + антидот		
				урожайность ц/га	урожайность ц/га	урожайность ц/га
ц/га	%					
Соединение 1	30	33,9	14,0	20,7	6,7	48*
Соединение 2 (прототип)	30	33,9	14,0	16,7	2,7	19*

Различия между вариантами достоверны при $P=0,90$

Таким образом, применение заявляемого N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)-2-(4,6-диметил [1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-ил-сульфанил)ацетамид в качестве антидота 2,4-Д на подсолнечнике 1 в качестве антидота позволяет обеспечить антидотный эффект на уровне 48% против 19% у прототипа, обеспечив при этом прибавку к урожаю на 6,7 ц/га, а также расширить ассортимент известных антидотов.

(57) Формула изобретения

N-(3-хлор-2,6-диэтилфенил)-2-(4,6-диметил[1,2,4]триазоло[1,5-а]пиримидин-2-ил-сульфанил)ацетамид формулы 1



1

проявляющий антидотную активность по отношению к 2,4-дихлор-феноксиуксусной кислоте на подсолнечнике.