

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(11) 039211

(13) B1

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента  
2021.12.17

(51) Int. Cl. A01N 43/653 (2006.01)  
A01N 25/04 (2006.01)  
A01N 41/06 (2006.01)

(21) Номер заявки  
201992366

(22) Дата подачи заявки  
2019.01.23

(54) ПОЛУГИДРАТ ФЛУКАРБАЗОНА НАТРИЯ, СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ, ГЕРБИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ, СОДЕРЖАЩАЯ ПОЛУГИДРАТ ФЛУКАРБАЗОНА НАТРИЯ, И СПОСОБ ПОДАВЛЕНИЯ РОСТА ТРАВЫ И ШИРОКОЛИСТВЕННЫХ СОРНЯКОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ УКАЗАННОЙ КОМПОЗИЦИИ

(31) 15/879,073

(56) US-A-6147222  
US-A-6147221

(32) 2018.01.24

(33) US

(43) 2020.03.31

(86) PCT/US2019/014776

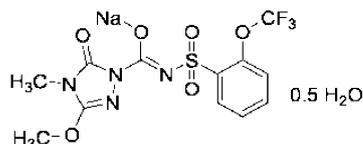
(87) WO 2019/147688 2019.08.01

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
АРИСТА ЛАЙФСАЙЕНС ИНК. (US)

(72) Изобретатель:  
Прасад Вик, Ларсон Кристофер Л.,  
Гибб Камерон Сис (US)

(74) Представитель:  
Носырева Е.Л. (RU)

(57) Изобретение относится к полугидрату флукарбазона натрия, имеющему следующую кристаллическую структуру:



и заданные фракционные атомные координаты ( $\times 10^4$ ) и эквивалентные параметры изотропного смещения ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ), а также к способу получения полугидрата флукарбазона натрия, включающему обработку 4,5-дигидро-3-метокси-4-метил-5-оксо-N-[[2-(трифторометокси)фенил]сульфонил]-1H-1,2,4-триазол-1-карбоксамид (MSU) с водным раствором гидроксида натрия в условиях контролируемого pH; и подтверждение получения полугидрата флукарбазона натрия с указанной кристаллической структурой. Кроме того, описывается гербицидная композиция, содержащая полугидрат флукарбазона натрия в качестве активного ингредиента, и способ подавления роста травы и широколиственных сорняков, включающий воздействие на указанную траву и сорняки указанной композицией.

B1

039211

039211

B1

### Ссылка на родственную заявку

Данная международная заявка испрашивает приоритет согласно заявке США № 15/879073, поданной 24 января 2018 г., раскрытие которой явным образом включено в настоящий документ посредством ссылки в полном объеме.

### Область техники

Область техники, к которой в целом относится данное изобретение, это гербицидные композиции, способы их получения и применения.

### Уровень техники

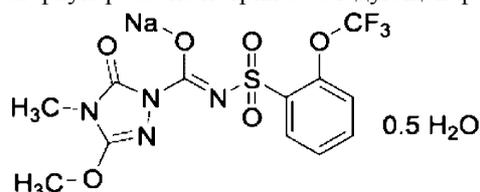
Сульфониламинокарбонил триазиолин хорошо известен в данной сфере применения как с точки зрения процесса его производства, так и с точки зрения использования в качестве гербицида. Тем не менее, отделение солей данных веществ от обезвоженных составов для использования в качестве гербицида приводит к получению сильно пылящего продукта, обращение с которым затруднено во время его приготовления.

Поэтому в данной области ведутся постоянные исследования по совершенствованию данных продуктов, включая улучшение их свойств для безопасного обращения с ними.

### Сущность изобретения

Описан способ подавления роста травы и широколиственных сорняков, включающий в себя воздействие на указанную траву и сорняки одной не создающей пыли композиции, содержащей полугидрат флукарбазона натрия в качестве активного ингредиента.

Также описан способ получения полугидрата флукарбазона натрия, включающий в себя обработку 4,5-дигидро-3-метокси-4-метил-5-оксо-N-[[2-(трифторометокси)фенил]сульфонил]-1H-1,2,4-триазол-1-карбоксамид (MSU) водным раствором гидроокиси натрия в условиях контроля pH; и подтверждение того, что был получен полугидрат флукарбазона натрия со следующей формулой:



Дополнительные варианты реализации изобретения включают описываемый выше способ, в котором обработка проводилась в диапазоне температур приблизительно от -20 до 120°C; описываемый выше способ, в котором обработка проводилась в диапазоне температур, приблизительно от 0 до 45°C (например, включая температуры 0°C, 5°C, 10°C, 15°C, 20°C, 25°C, 30°C, 35°C, 40°C и 45°C); описываемый выше способ, в котором обработка проводилась при pH приблизительно от 5 до 10; описываемый выше способ, в котором обработка проводилась при pH приблизительно от 5,5 до 9; и описываемый выше способ, в котором обработка проводилась при pH приблизительно от 6 до 7.

Эти и дополнительные варианты реализации изобретения явствуют из следующего описания.

### Краткое описание графических материалов

На фиг. 1 представлены рентгеновские порошковые дифрактограммы по результатам измерений.

На фиг. 2 представлен вклад для монокристаллической структуры.

На фиг. 3 показаны тепловые эллипсоиды.

### Подробное описание сущности изобретения

Частные случаи представлены здесь только в качестве примера и для целей наглядного описания различных вариантов реализации настоящего изобретения и приведены для представления того, что, как полагают, является наиболее полезным и легко понятным описанием принципов и концептуальных аспектов изобретения. В связи с этим не предпринимались попытки показать детали изобретения более подробно, чем это необходимо для фундаментального понимания изобретения, причем описание делает очевидным для специалистов в данной области техники то, какие отдельные формы изобретения могут быть воплощены на практике.

Настоящее изобретение далее будет описано со ссылками на более подробные варианты реализации изобретения. Тем не менее, данное изобретение может быть воплощено в различных формах, и его не следует считать ограниченным приведенными в настоящем документе вариантами реализации. Напротив, данные варианты реализации приводятся для того, чтобы раскрываемая информация была полной и исчерпывающей, и чтобы она полностью передавала объем изобретения специалистам в данной области.

Если не указано иное, все технические и научные термины, используемые в настоящем документе, имеют такое же значение, как их общеупотребительное значение, используемое специалистами в сфере, к которой относится изобретение. Терминология, используемая в описании изобретения в настоящем документе, предназначена только для описания конкретных вариантов реализации и не подразумевает каких-либо ограничений данного изобретения. В рамках описания изобретения и в прилагаемой формуле изобретения единственное число существительных предполагает также их использование во множественном числе, если только содержание недвусмысленно не утверждает иное. Все публикации, патентные

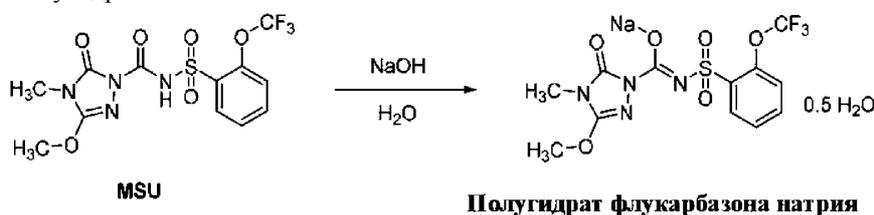
заявки, патенты и другие упомянутые в настоящем документе ссылки явным образом включены посредством ссылки в полном объеме.

Если не указано иное, все числа, выражающие количество ингредиентов, условия реакции и т.д., используемые в описании и формуле изобретения, следует понимать, как сопровождаемые во всех случаях термином "приблизительно". Соответственно, если не указано иное, числовые параметры, приводимые ниже в описании и в прилагаемой формуле изобретения, являются приблизительными и могут варьироваться в зависимости от желаемых свойств, которые должны быть получены с помощью данного изобретения. По меньшей мере, и не как попытка ограничить применение доктрины эквивалентов к объему формулы изобретения, каждый числовой параметр должен рассматриваться в свете количества значащих разрядов и методов обычного округления.

Несмотря на то, что числовые диапазоны и параметры, приводимые в объеме изобретения, являются приблизительными, числовые значения, указываемые в конкретных примерах, определялись как можно точнее. Однако любое числовое значение по своей природе содержит определенные погрешности, неизбежно возникающие в результате стандартного отклонения, обнаруживаемого в соответствующих измерениях при испытаниях. Каждый числовой диапазон, приведенный в данном описании, будет включать каждый более узкий числовой диапазон, который попадает в пределы такого более широкого числового диапазона, как если бы более узкие числовые диапазоны все были явным образом указаны в нем.

Способы производства флукарбазона натрия и структурно связанного с ним пропоксикарбазона натрия были описаны в патентах США № 6147221; 6147222 и 6160125, раскрытая информация о которых включена в настоящий документ посредством ссылки в полном объеме. Оба продукта могут быть созданы путем депротонизации исходной сульфонилмочевины в присутствии водного раствора гидроокиси натрия. Однако из двух веществ только флукарбазон натрия образует устойчивый гидрат в условиях описанной здесь реакции. На основании обычных анализов сотен образцов в прошлом, профили показали около 94% флукарбазона Na и около 4% H<sub>2</sub>O. Эти числовые значения указывали на флукарбазон Na 1 H<sub>2</sub>O, то есть на моногидрат. Однако в настоящее время посредством рентгеновского анализа монокристалла было обнаружено, что путем управления описанными выше процессами продукт реакции непредвиденно образует полугидрат химической формулы C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>F<sub>3</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6,5</sub>S при кристаллизации из водной среды. Также считается, что основной активный ингредиент имеет монокристаллическую структуру. Для получения требуемой кристаллической структуры очень важно, чтобы на этапе преобразования промежуточного вещества сульфоаминокарбонил триазинона в соль реакция проходила в условиях контроля pH, когда щелочь добавляется в реакционную смесь в количествах, необходимых для получения pH смеси в пределах, приблизительно, от 5 до 10, и, более предпочтительно, приблизительно от 5,5 до 9. Наиболее предпочтительным является значение pH от 6 до 7.

Поставка полученного флукарбазона натрия в твердом виде очень важна для широко распространенных сфер применения. Флукарбазон натрия представляет собой высоко активный гербицид, поэтому безопасное обращение с ним имеет большое значение. Отделение гидратированного флукарбазона натрия в соответствии с приведенным здесь описанием обеспечивает доступ к легко создаваемому продукту. Обычная безводная форма вещества характеризуется высоким содержанием пыли и сложна в получении. Флукарбазон натрия получают посредством обработки MSU водным раствором гидроокиси натрия в условиях контроля pH, как описано выше. Учитывая, что это двухфазная реакция, перемешивание имеет очень большое значение. Продукт кристаллизуется непосредственно из раствора, собирается путем фильтрации и затем высушивается. Рентгеновский анализ монокристалла подтверждает, что продукт образуется как полугидрат.



Во время реакции с водным раствором NaOH также могут использоваться растворители, такие как МІВК (метил изобутил кетон), толуол и/или ксилен, однако предпочтительнее использовать МІВК.

Дополнительно к некоторым указанным выше преимуществам другие важные преимущества вещества включают снижение потенциальных рисков взрыва пыли, а также улучшение условий труда операторов благодаря снижению воздействия вещества и более безопасному обращению с ним. Также существуют преимущества при производстве вещества в виде отсутствия необходимости сушки до безводной формы, отделения растворителей и повышения эффективности оборудования благодаря отсутствию пылевидного вещества, что позволяет также получить экономическую выгоду. Примеры трав, рост которых может подавляться и/или контролироваться, включают щетинник зеленый, овсюг, самопроизвольно окультуренный овес, ежовник обыкновенный, метлицу обыкновенную, костер ржаной (настоящий костер), костер килеватый, костер мягкий, вульпиюмышехвостую, костер кровельный, костер униольный, райграсс итальянский, плевел персидский, щетинник сизый, просо обыкновенное, щетинник желтый, рай-

грас, лисохвост полевой и ячмень гривастый. Примеры широколиственных сорняков, рост которых может подавляться и/или контролироваться, включают щирца колосистая, горчица полевая, горчица черная, горчица сизая, ярутка полевая, Дескурайния Софии, горец почечуйный, персикария пенсильванская, пастушья сумка, желтушник перистый, гулявник высочайший, канола, паслен черный, горец вьюнковый, пикульник, зеленая персикария, синеголовник пахучий и горец вьющийся.

#### Примеры

Приведенная на фиг. 1 рентгеновская порошковая дифрактограмма была получена с использованием данных, собранных на фазирующем устройстве Bruker D2 Phaser в тета-тета геометрии с использованием излучения Cu ( $K\alpha_1/K\alpha_2$ ) и фильтра Ni K $\beta$  (со стороны детектора). Дополнительная система фокусировки пучка и настройки: первичная и вторичная осевые щели Соллера ( $2,5^\circ$ ), неподвижная щель расходимости 0,6 мм, противорассеивающий экран 1 мм, детектор: 1D LYNXEYE с окном  $5^\circ$ , генератор: 30 кВ, 10 мА. Использовалось программное обеспечение DIFFRAC.SUITE COMMANDER, Bruker AXS. DIFFRAC.EVA 2.1, Bruker AXS (2010-2012). PDXL2 Версия 2.4.2.0, Rigaku Corporation (2007-2015).

Приведенная на фиг. 2 рентгеновская порошковая дифрактограмма была получена с помощью установки Ритвельда с использованием монокристаллической структуры в качестве вклада. Данные показывают, что сыпучий материал на 100% такой же, как и монокристаллическая структура, без каких-либо признаков других фаз или включений.

На фиг. 3 показаны тепловые эллипсоиды, построенные с уровнем вероятности 50%.

В табл. 1 и 2 представлены типичные измеренные параметры.

Таблица 1

Формулы		$C_{12}H_{11}F_3N_4NaO_{6,5}S$	
		$C_{12}H_{10}F_3N_4O_6S, Na, 0.5(H_2O)$	
$D_{расч.}/г\ см^{-3}$	1,773	Длина волны/Å	0,71073
мкм/мм <sup>-1</sup>	0,309	Тип излучения	MoK $\alpha$
Вес вещества	427,30	$\theta_{мин}^\circ$	2,304
Цвет	Прозрачный бесцветный	$\theta_{макс}^\circ$	28,499
Форма	призма	Измеренное отр.	12063
Размер/мм <sup>3</sup>	0,10x0,04x0,03	Независимое отр.	12063
T/K	100(2)	Используемое отражение	10838
Пространственная группа	$P2_1/c$	Параметры	507
$a/\text{Å}$	22,7820(8)	Ограничения	3
$b/\text{Å}$	9,6327(3)	Макс. пик	0,402
$c/\text{Å}$	14,9502(5)	Самое глубокое падение	-0,328
$\alpha^\circ$	90	Goof	1,077
$\beta^\circ$	102,576(4)	$wR_2$ (все данные)	0,1369
$\gamma^\circ$	90	$wR_2$	0,1327
$V/\text{Å}^3$	3202,14(19)	$R_I$ (все данные)	0,0625
Z	8	$R_I$	0,0540
Z'	2		

Фракционные атомные координаты ( $\times 10^4$ ) и эквивалентные параметры изотропного смещения ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ) для 2017scas0057\_R1\_100K\_twin1\_hklf4.  $U_{eq}$  определяется как 1/3 следа ортогонализированного  $U_{ij}$

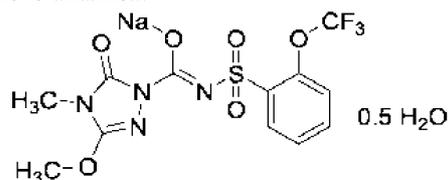
Атом	x	y	z	$U_{eq}$
C101	7718,9(16)	-994(3)	2120(2)	14,0(7)
C102	8079,6(17)	-1177(4)	875(2)	15,8(7)
C103	8630,7(18)	-2451(4)	2266(3)	23,3(8)
C104	8399,4(19)	-992(5)	-487(3)	28,7(9)
C105	6902,3(15)	685(4)	1355(2)	12,9(6)
C106	5630,9(15)	1357(3)	1901(2)	11,0(6)
C107	5328,5(16)	1700(4)	1027(2)	16,3(7)
C108	4772,3(18)	1138(5)	674(3)	26,1(9)
C109	4522,6(19)	217(5)	1173(3)	30,8(10)
C110	4818,1(19)	-147(4)	2042(3)	26,0(9)
C111	5368,2(17)	439(4)	2398(2)	15,7(7)
C112	5457(2)	533(4)	3974(3)	25,5(9)
C201	6962,4(15)	5702(3)	2567(2)	12,1(6)
C202	6887,8(16)	6303(3)	1130(2)	14,6(7)
C203	6189,5(17)	7478(4)	1990(3)	20,8(8)
C204	6925(2)	6662(4)	-391(3)	25,3(9)
C205	7736,8(15)	3907(3)	2529(2)	12,1(6)
C206	9176,6(15)	3330(3)	2760(2)	12,2(6)
C207	9428,9(16)	3063(4)	3663(2)	15,2(7)
C208	9923,4(18)	3798(4)	4103(3)	21,8(8)
C209	10162,3(18)	4828(4)	3649(3)	24,0(8)
C210	9900,1(17)	5131(4)	2753(3)	20,5(8)
C211	9414,1(16)	4378(4)	2318(2)	14,5(7)
C212	9412(2)	4553(4)	761(3)	26,3(9)
F101	4955,3(16)	-118(3)	4036(2)	49,8(8)
F102	5862,2(14)	343(3)	4726,0(17)	44,9(8)
F103	5317,8(11)	1848(2)	3904,8(15)	26,1(5)
F201	9798,1(16)	5577(3)	757,4(19)	52,2(9)
F202	9024,3(14)	4579(3)	-24,0(16)	39,1(7)
F203	9724,6(13)	3390(3)	813,7(18)	36,7(6)
N101	8155,3(14)	-1600(3)	1755(2)	14,8(6)
N102	7626,6(13)	-375(3)	611,3(19)	13,8(6)
N103	7395,7(13)	-235(3)	1397,9(19)	13,3(6)
N104	6833,4(13)	1007(3)	2197,5(19)	13,7(6)
N201	6660,1(14)	6540(3)	1884(2)	14,0(6)
N202	7311,2(13)	5408(3)	1247,9(18)	13,1(6)

N203	7378,5(13)	5041(3)	2171,6(18)	11,3(6)
N204	8028,4(13)	3403(3)	1921,5(19)	13,8(6)
Na1	7650,9(7)	1068,2(14)	3531,6(9)	15,4(3)
Na2	7073,6(6)	3795,3(14)	4350,3(9)	15,2(3)
O101	7646,3(12)	-1143(2)	2891,8(16)	15,9(5)
O102	8466,7(12)	-1612(3)	402,4(17)	20,4(6)
O103	6627,3(12)	1053(3)	607,7(16)	18,1(5)
O104	6344,0(12)	3341(3)	1758,8(18)	19,5(5)
O105	6427,2(11)	2343(3)	3269,3(17)	19,1(6)
O106	5682,7(13)	55(3)	3273,5(17)	20,1(5)
O201	6876,5(11)	5605(2)	3330,9(15)	13,7(5)
O202	6667,3(13)	7005(3)	384,5(17)	20,3(6)
O203	7743,5(11)	3535(2)	3311,1(15)	13,1(5)
O204	8471,3(12)	1289(2)	2836,7(17)	16,3(5)
O205	8688,1(12)	1844(3)	1359,0(16)	16,8(5)
O206	9113,6(13)	4686(3)	1422,1(17)	19,6(6)
S101	6342,1(4)	2128,0(9)	2302,8(6)	12,21(16)
S201	8552,4(4)	2342,2(8)	2194,3(6)	11,75(16)
O1W	7671,6(14)	3233(3)	-27,4(18)	22,5(6)

Как описано в настоящем документе, эти и другие недостатки в данной области устраняются с помощью описанного в настоящем документе изобретения. Таким образом, объем изобретения должен включать все модификации и варианты, которые могут входить в объем прилагаемой формулы изобретения. Другие варианты реализации изобретения будут понятны специалистам в данной сфере при рассмотрении описания и практического осуществления раскрытого в настоящем документе изобретения. Предполагается, что описание и примеры будут рассматриваться только как иллюстративные, с учетом истинного объема и сущности изобретения, приведенных в следующей формуле изобретения.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Полугидрат флукарбазона натрия, имеющий следующую кристаллическую структуру, определенную посредством рентгеновского анализа:

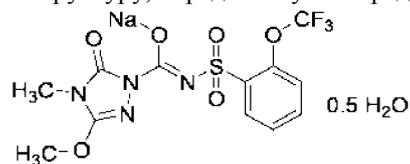


имеющий фракционные атомные координаты ( $\times 10^4$ ) и эквивалентные параметры изотропного смещения ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ), как показано в таблице ниже; где  $U_{\text{eq}}$  определяется как  $1/3$  следа ортогонализированного  $U_{ij}$ , и

## 039211

Атом	x	y	z	$U_{eq}$
C101	7718,9(16)	-994(3)	2120(2)	14,0(7)
C102	8079,6(17)	-1177(4)	875(2)	15,8(7)
C103	8630,7(18)	-2451(4)	2266(3)	23,3(8)
C104	8399,4(19)	-992(5)	-487(3)	28,7(9)
C105	6902,3(15)	685(4)	1355(2)	12,9(6)
C106	5630,9(15)	1357(3)	1901(2)	11,0(6)
C107	5328,5(16)	1700(4)	1027(2)	16,3(7)
C108	4772,3(18)	1138(5)	674(3)	26,1(9)
C109	4522,6(19)	217(5)	1173(3)	30,8(10)
C110	4818,1(19)	-147(4)	2042(3)	26,0(9)
C111	5368,2(17)	439(4)	2398(2)	15,7(7)
C112	5457(2)	533(4)	3974(3)	25,5(9)
C201	6962,4(15)	5702(3)	2567(2)	12,1(6)
C202	6887,8(16)	6303(3)	1130(2)	14,6(7)
C203	6189,5(17)	7478(4)	1990(3)	20,8(8)
C204	6925(2)	6662(4)	-391(3)	25,3(9)
C205	7736,8(15)	3907(3)	2529(2)	12,1(6)
C206	9176,6(15)	3330(3)	2760(2)	12,2(6)
C207	9428,9(16)	3063(4)	3663(2)	15,2(7)
C208	9923,4(18)	3798(4)	4103(3)	21,8(8)
C209	10162,3(18)	4828(4)	3649(3)	24,0(8)
C210	9900,1(17)	5131(4)	2753(3)	20,5(8)
C211	9414,1(16)	4378(4)	2318(2)	14,5(7)
C212	9412(2)	4553(4)	761(3)	26,3(9)
F101	4955,3(16)	-118(3)	4036(2)	49,8(8)
F102	5862,2(14)	343(3)	4726,0(17)	44,9(8)
F103	5317,8(11)	1848(2)	3904,8(15)	26,1(5)
F201	9798,1(16)	5577(3)	757,4(19)	52,2(9)
F202	9024,3(14)	4579(3)	-24,0(16)	39,1(7)
F203	9724,6(13)	3390(3)	813,7(18)	36,7(6)
N101	8155,3(14)	-1600(3)	1755(2)	14,8(6)
N102	7626,6(13)	-375(3)	611,3(19)	13,8(6)
N103	7395,7(13)	-235(3)	1397,9(19)	13,3(6)
N104	6833,4(13)	1007(3)	2197,5(19)	13,7(6)
N201	6660,1(14)	6540(3)	1884(2)	14,0(6)
N202	7311,2(13)	5408(3)	1247,9(18)	13,1(6)
N203	7378,5(13)	5041(3)	2171,6(18)	11,3(6)
N204	8028,4(13)	3403(3)	1921,5(19)	13,8(6)
Na1	7650,9(7)	1068,2(14)	3531,6(9)	15,4(3)
Na2	7073,6(6)	3795,3(14)	4350,3(9)	15,2(3)
O101	7646,3(12)	-1143(2)	2891,8(16)	15,9(5)
O102	8466,7(12)	-1612(3)	402,4(17)	20,4(6)
O103	6627,3(12)	1053(3)	607,7(16)	18,1(5)
O104	6344,0(12)	3341(3)	1758,8(18)	19,5(5)
O105	6427,2(11)	2343(3)	3269,3(17)	19,1(6)
O106	5682,7(13)	55(3)	3273,5(17)	20,1(5)
O201	6876,5(11)	5605(2)	3330,9(15)	13,7(5)
O202	6667,3(13)	7005(3)	384,5(17)	20,3(6)
O203	7743,5(11)	3535(2)	3311,1(15)	13,1(5)
O204	8471,3(12)	1289(2)	2836,7(17)	16,3(5)
O205	8688,1(12)	1844(3)	1359,0(16)	16,8(5)
O206	9113,6(13)	4686(3)	1422,1(17)	19,6(6)
S101	6342,1(4)	2128,0(9)	2302,8(6)	12,21(16)
S201	8552,4(4)	2342,2(8)	2194,3(6)	11,75(16)
O1W	7671,6(14)	3233(3)	-27,4(18)	22,5(6)

2. Способ подавления роста травы и широколиственных сорняков, включающий воздействие на указанную траву и сорняки одной не создающей пыли композицией, содержащей полугидрат флукарбазона натрия в качестве активного ингредиента, отличающийся тем, что полугидрат флукарбазона натрия имеет следующую кристаллическую структуру, определенную посредством рентгеновского анализа:



имеет фракционные атомные координаты ( $\times 10^4$ ) и эквивалентные параметры изотропного смещения ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ), как показано в таблице ниже; где  $U_{eq}$  определяется как  $1/3$  следа ортогонализированного  $U_{ij}$ , и

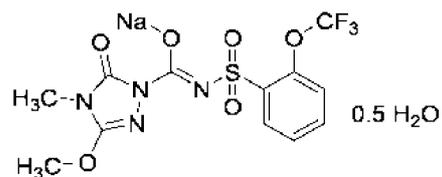
Атом	x	y	z	$U_{eq}$
C101	7718,9(16)	-994(3)	2120(2)	14,0(7)
C102	8079,6(17)	-1177(4)	875(2)	15,8(7)
C103	8630,7(18)	-2451(4)	2266(3)	23,3(8)
C104	8399,4(19)	-992(5)	-487(3)	28,7(9)
C105	6902,3(15)	685(4)	1355(2)	12,9(6)
C106	5630,9(15)	1357(3)	1901(2)	11,0(6)
C107	5328,5(16)	1700(4)	1027(2)	16,3(7)
C108	4772,3(18)	1138(5)	674(3)	26,1(9)
C109	4522,6(19)	217(5)	1173(3)	30,8(10)
C110	4818,1(19)	-147(4)	2042(3)	26,0(9)
C111	5368,2(17)	439(4)	2398(2)	15,7(7)
C112	5457(2)	533(4)	3974(3)	25,5(9)
C201	6962,4(15)	5702(3)	2567(2)	12,1(6)

C202	6887,8(16)	6303(3)	1130(2)	14,6(7)
C203	6189,5(17)	7478(4)	1990(3)	20,8(8)
C204	6925(2)	6662(4)	-391(3)	25,3(9)
C205	7736,8(15)	3907(3)	2529(2)	12,1(6)
C206	9176,6(15)	3330(3)	2760(2)	12,2(6)
C207	9428,9(16)	3063(4)	3663(2)	15,2(7)
C208	9923,4(18)	3798(4)	4103(3)	21,8(8)
C209	10162,3(18)	4828(4)	3649(3)	24,0(8)
C210	9900,1(17)	5131(4)	2753(3)	20,5(8)
C211	9414,1(16)	4378(4)	2318(2)	14,5(7)
C212	9412(2)	4553(4)	761(3)	26,3(9)
F101	4955,3(16)	-118(3)	4036(2)	49,8(8)
F102	5862,2(14)	343(3)	4726,0(17)	44,9(8)
F103	5317,8(11)	1848(2)	3904,8(15)	26,1(5)
F201	9798,1(16)	5577(3)	757,4(19)	52,2(9)
F202	9024,3(14)	4579(3)	-24,0(16)	39,1(7)
F203	9724,6(13)	3390(3)	813,7(18)	36,7(6)
N101	8155,3(14)	-1600(3)	1755(2)	14,8(6)
N102	7626,6(13)	-375(3)	611,3(19)	13,8(6)
N103	7395,7(13)	-235(3)	1397,9(19)	13,3(6)
N104	6833,4(13)	1007(3)	2197,5(19)	13,7(6)
N201	6660,1(14)	6540(3)	1884(2)	14,0(6)
N202	7311,2(13)	5408(3)	1247,9(18)	13,1(6)
N203	7378,5(13)	5041(3)	2171,6(18)	11,3(6)
N204	8028,4(13)	3403(3)	1921,5(19)	13,8(6)
Na1	7650,9(7)	1068,2(14)	3531,6(9)	15,4(3)
Na2	7073,6(6)	3795,3(14)	4350,3(9)	15,2(3)
O101	7646,3(12)	-1143(2)	2891,8(16)	15,9(5)
O102	8466,7(12)	-1612(3)	402,4(17)	20,4(6)
O103	6627,3(12)	1053(3)	607,7(16)	18,1(5)
O104	6344,0(12)	3341(3)	1758,8(18)	19,5(5)
O105	6427,2(11)	2343(3)	3269,3(17)	19,1(6)
O106	5682,7(13)	55(3)	3273,5(17)	20,1(5)
O201	6876,5(11)	5605(2)	3330,9(15)	13,7(5)
O202	6667,3(13)	7005(3)	384,5(17)	20,3(6)
O203	7743,5(11)	3535(2)	3311,1(15)	13,1(5)
O204	8471,3(12)	1289(2)	2836,7(17)	16,3(5)
O205	8688,1(12)	1844(3)	1359,0(16)	16,8(5)
O206	9113,6(13)	4686(3)	1422,1(17)	19,6(6)
S101	6342,1(4)	2128,0(9)	2302,8(6)	12,21(16)
S201	8552,4(4)	2342,2(8)	2194,3(6)	11,75(16)
O1W	7671,6(14)	3233(3)	-27,4(18)	22,5(6)

3. Способ по п.2, отличающийся тем, что трава представляет собой щетинник зеленый, овсюг, самопроизвольно окультуренный овес, ежовник обыкновенный, метлицу обыкновенную, костер ржаной (настоящий костер), костер килеватый, костер мягкий, вьюнок мышехвостую, костер кровельный, костер униольный, райграс итальянский, плевел персидский, щетинник сизый, просо обыкновенное, щетинник желтый, райграс, лисохвост полевой или ячмень гривастый, и тем, что широколиственные сорняки представляют собой щирцу колосистую, горчицу полевую, горчицу черную, горчицу сизую, ярутку полевую, Дескурайнию Софии, горец почечуйный, персикарию пенсильванскую, пастушью сумку, желтушник перистый, гулявник высочайший, канолу, паслен черный, горец вьюнковый, пикульник, зеленую персикарию, синеголовник пахучий или горец вьющийся.

4. Способ получения полугидрата флукарбазона натрия, включающий обработку 4,5-дигидро-3-метокси-4-метил-5-оксо-N-[[2-(трифторометокси)фенил]сульфонил]-1H-1,2,4-триазол-1-карбоксамид (MSU) водным раствором гидроксида натрия в условиях контролируемого pH и

подтверждение получения полугидрата флукарбазона натрия, имеющего следующую кристаллическую структуру, определенную посредством рентгеновского анализа:



имеющего фракционные атомные координаты ( $\times 10^4$ ) и эквивалентные параметры изотропного смещения ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ), как показано в таблице ниже; где  $U_{\text{eq}}$  определяется как 1/3 следа ортогонализированного  $U_{ij}$ , и

Атом	x	y	z	$U_{\text{eq}}$
C101	7718,9(16)	-994(3)	2120(2)	14,0(7)
C102	8079,6(17)	-1177(4)	875(2)	15,8(7)
C103	8630,7(18)	-2451(4)	2266(3)	23,3(8)
C104	8399,4(19)	-992(5)	-487(3)	28,7(9)
C105	6902,3(15)	685(4)	1355(2)	12,9(6)
C106	5630,9(15)	1357(3)	1901(2)	11,0(6)
C107	5328,5(16)	1700(4)	1027(2)	16,3(7)
C108	4772,3(18)	1138(5)	674(3)	26,1(9)
C109	4522,6(19)	217(5)	1173(3)	30,8(10)
C110	4818,1(19)	-147(4)	2042(3)	26,0(9)
C111	5368,2(17)	439(4)	2398(2)	15,7(7)
C112	5457(2)	533(4)	3974(3)	25,5(9)
C201	6962,4(15)	5702(3)	2567(2)	12,1(6)
C202	6887,8(16)	6303(3)	1130(2)	14,6(7)
C203	6189,5(17)	7478(4)	1990(3)	20,8(8)
C204	6925(2)	6662(4)	-391(3)	25,3(9)
C205	7736,8(15)	3907(3)	2529(2)	12,1(6)
C206	9176,6(15)	3330(3)	2760(2)	12,2(6)
C207	9428,9(16)	3063(4)	3663(2)	15,2(7)
C208	9923,4(18)	3798(4)	4103(3)	21,8(8)
C209	10162,3(18)	4828(4)	3649(3)	24,0(8)
C210	9900,1(17)	5131(4)	2753(3)	20,5(8)
C211	9414,1(16)	4378(4)	2318(2)	14,5(7)

C212	9412(2)	4553(4)	761(3)	26,3(9)
F101	4955,3(16)	-118(3)	4036(2)	49,8(8)
F102	5862,2(14)	343(3)	4726,0(17)	44,9(8)
F103	5317,8(11)	1848(2)	3904,8(15)	26,1(5)
F201	9798,1(16)	5577(3)	757,4(19)	52,2(9)
F202	9024,3(14)	4579(3)	-24,0(16)	39,1(7)
F203	9724,6(13)	3390(3)	813,7(18)	36,7(6)
N101	8155,3(14)	-1600(3)	1755(2)	14,8(6)
N102	7626,6(13)	-375(3)	611,3(19)	13,8(6)
N103	7395,7(13)	-235(3)	1397,9(19)	13,3(6)
N104	6833,4(13)	1007(3)	2197,5(19)	13,7(6)
N201	6660,1(14)	6540(3)	1884(2)	14,0(6)
N202	7311,2(13)	5408(3)	1247,9(18)	13,1(6)
N203	7378,5(13)	5041(3)	2171,6(18)	11,3(6)
N204	8028,4(13)	3403(3)	1921,5(19)	13,8(6)
Na1	7650,9(7)	1068,2(14)	3531,6(9)	15,4(3)
Na2	7073,6(6)	3795,3(14)	4350,3(9)	15,2(3)
O101	7646,3(12)	-1143(2)	2891,8(16)	15,9(5)
O102	8466,7(12)	-1612(3)	402,4(17)	20,4(6)
O103	6627,3(12)	1053(3)	607,7(16)	18,1(5)
O104	6344,0(12)	3341(3)	1758,8(18)	19,5(5)
O105	6427,2(11)	2343(3)	3269,3(17)	19,1(6)
O106	5682,7(13)	55(3)	3273,5(17)	20,1(5)
O201	6876,5(11)	5605(2)	3330,9(15)	13,7(5)
O202	6667,3(13)	7005(3)	384,5(17)	20,3(6)
O203	7743,5(11)	3535(2)	3311,1(15)	13,1(5)
O204	8471,3(12)	1289(2)	2836,7(17)	16,3(5)
O205	8688,1(12)	1844(3)	1359,0(16)	16,8(5)
O206	9113,6(13)	4686(3)	1422,1(17)	19,6(6)
S101	6342,1(4)	2128,0(9)	2302,8(6)	12,21(16)
S201	8552,4(4)	2342,2(8)	2194,3(6)	11,75(16)
O1W	7671,6(14)	3233(3)	-27,4(18)	22,5(6)

5. Способ по п.4, отличающийся тем, что обработка выполняется при температуре в диапазоне приблизительно от -20 до 120°C.

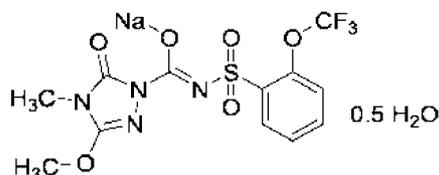
6. Способ по п.5, отличающийся тем, что обработка выполняется при температуре в диапазоне приблизительно от 0 до 45°C.

7. Способ по п.4, отличающийся тем, что обработка выполняется при pH от 5 до 10.

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что обработка выполняется при pH от 5,5 до 9.

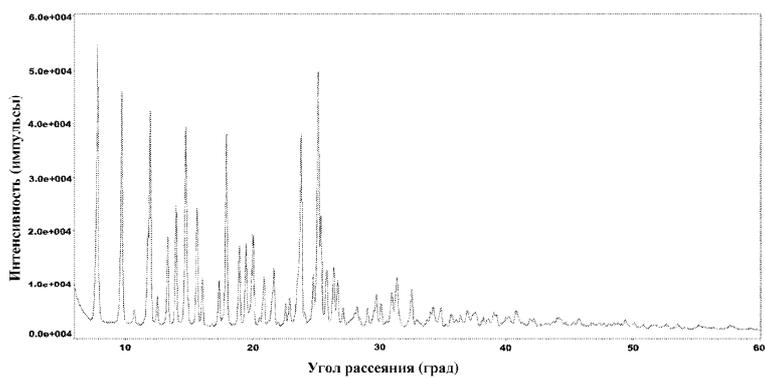
9. Способ по п.8, отличающийся тем, что обработка выполняется при pH от 6 до 7.

10. Гербицидная композиция, содержащая полугидрат флукарбазона натрия в качестве активного ингредиента, имеющий следующую кристаллическую структуру, определенную посредством рентгеновского анализа:

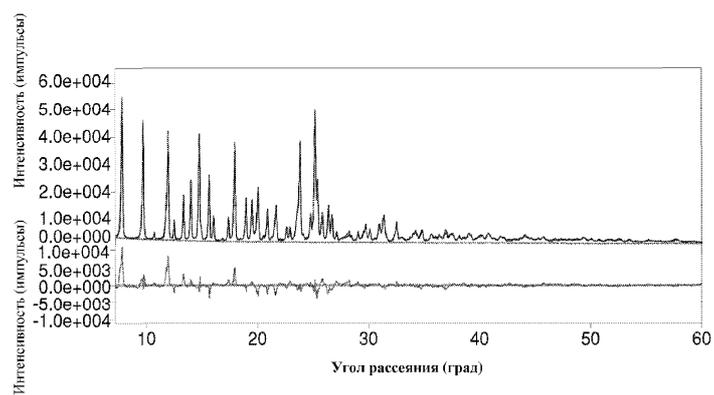


имеющий фракционные атомные координаты ( $\times 10^4$ ) и эквивалентные параметры изотропного смещения ( $\text{\AA}^2 \times 10^3$ ), как показано в таблице ниже, где  $U_{\text{eq}}$  определяется как 1/3 следа ортогонализированного  $U_{ij}$ , и

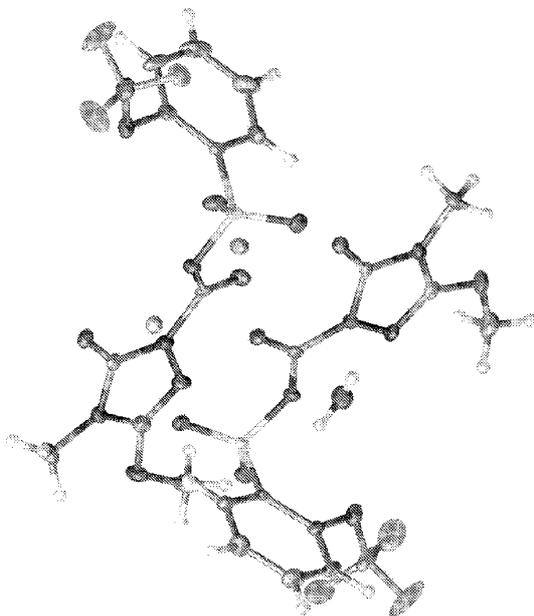
Атом	x	y	z	$U_{eq}$
C101	7718,9(16)	-994(3)	2120(2)	14,0(7)
C102	8079,6(17)	-1177(4)	875(2)	15,8(7)
C103	8630,7(18)	-2451(4)	2266(3)	23,3(8)
C104	8399,4(19)	-992(5)	-487(3)	28,7(9)
C105	6902,3(15)	685(4)	1355(2)	12,9(6)
C106	5630,9(15)	1357(3)	1901(2)	11,0(6)
C107	5328,5(16)	1700(4)	1027(2)	16,3(7)
C108	4772,3(18)	1138(5)	674(3)	26,1(9)
C109	4522,6(19)	217(5)	1173(3)	30,8(10)
C110	4818,1(19)	-147(4)	2042(3)	26,0(9)
C111	5368,2(17)	439(4)	2398(2)	15,7(7)
C112	5457(2)	533(4)	3974(3)	25,5(9)
C201	6962,4(15)	5702(3)	2567(2)	12,1(6)
C202	6887,8(16)	6303(3)	1130(2)	14,6(7)
C203	6189,5(17)	7478(4)	1990(3)	20,8(8)
C204	6925(2)	6662(4)	-391(3)	25,3(9)
C205	7736,8(15)	3907(3)	2529(2)	12,1(6)
C206	9176,6(15)	3330(3)	2760(2)	12,2(6)
C207	9428,9(16)	3063(4)	3663(2)	15,2(7)
C208	9923,4(18)	3798(4)	4103(3)	21,8(8)
C209	10162,3(18)	4828(4)	3649(3)	24,0(8)
C210	9900,1(17)	5131(4)	2753(3)	20,5(8)
C211	9414,1(16)	4378(4)	2318(2)	14,5(7)
C212	9412(2)	4553(4)	761(3)	26,3(9)
F101	4955,3(16)	-118(3)	4036(2)	49,8(8)
F102	5862,2(14)	343(3)	4726,0(17)	44,9(8)
F103	5317,8(11)	1848(2)	3904,8(15)	26,1(5)
F201	9798,1(16)	5577(3)	757,4(19)	52,2(9)
F202	9024,3(14)	4579(3)	-24,0(16)	39,1(7)
F203	9724,6(13)	3390(3)	813,7(18)	36,7(6)
N101	8155,3(14)	-1600(3)	1755(2)	14,8(6)
N102	7626,6(13)	-375(3)	611,3(19)	13,8(6)
N103	7395,7(13)	-235(3)	1397,9(19)	13,3(6)
N104	6833,4(13)	1007(3)	2197,5(19)	13,7(6)
N201	6660,1(14)	6540(3)	1884(2)	14,0(6)
N202	7311,2(13)	5408(3)	1247,9(18)	13,1(6)
N203	7378,5(13)	5041(3)	2171,6(18)	11,3(6)
N204	8028,4(13)	3403(3)	1921,5(19)	13,8(6)
Na1	7650,9(7)	1068,2(14)	3531,6(9)	15,4(3)
Na2	7073,6(6)	3795,3(14)	4350,3(9)	15,2(3)
O101	7646,3(12)	-1143(2)	2891,8(16)	15,9(5)
O102	8466,7(12)	-1612(3)	402,4(17)	20,4(6)
O103	6627,3(12)	1053(3)	607,7(16)	18,1(5)
O104	6344,0(12)	3341(3)	1758,8(18)	19,5(5)
O105	6427,2(11)	2343(3)	3269,3(17)	19,1(6)
O106	5682,7(13)	55(3)	3273,5(17)	20,1(5)
O201	6876,5(11)	5605(2)	3330,9(15)	13,7(5)
O202	6667,3(13)	7005(3)	384,5(17)	20,3(6)
O203	7743,5(11)	3535(2)	3311,1(15)	13,1(5)
O204	8471,3(12)	1289(2)	2836,7(17)	16,3(5)
O205	8688,1(12)	1844(3)	1359,0(16)	16,8(5)
O206	9113,6(13)	4686(3)	1422,1(17)	19,6(6)
S101	6342,1(4)	2128,0(9)	2302,8(6)	12,21(16)
S201	8552,4(4)	2342,2(8)	2194,3(6)	11,75(16)
O1W	7671,6(14)	3233(3)	-27,4(18)	22,5(6)



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

