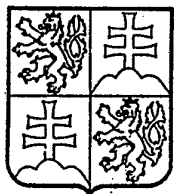


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

274 506

(11)

(13) B2

(51) Int. Cl. 5
A 01 N 33/24

(21) PV 3248-88.P
(22) Přihlášeno 13 05 88
(30) Právo přednosti od 15 05 87 GB
(č. 8711525)

(40) Zveřejněno 14 08 90
(45) Vydáno 30 09 92

(72) Autor vynálezu

GILKERSON TERENCE, CANTERBURY,
SHAW ROBERT WILLIAM, SITTINGBOURNE,
JENNENS DAVID CLIFFORD, SITTINGBOURNE (GB)

(73) Majitel patentu

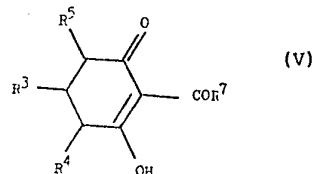
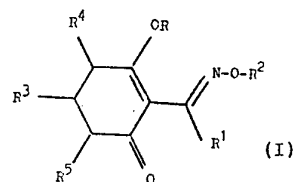
SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ
B. V., HAAG (NL)

(54)

Herbicidní prostředek a způsob přípravy
účinné látky tohoto prostředku

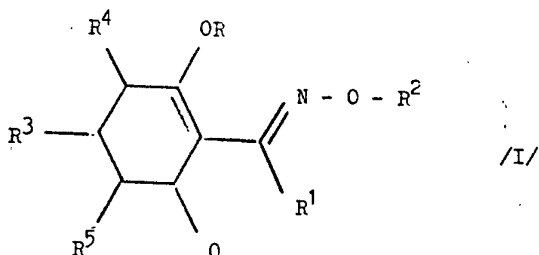
(57) Herbicidní prostředek obsahující jako účinnou látku oximinoetherovou sloučeninu obecného vzorce I, ve kterém R je vodík, alkyl, alkanoyl, fenylsulfonylová skupina nebo benzoylová skupina, které jsou případně substituovány, nebo anorganický nebo organický kationt, R^1 je alkyl nebo fenyl, R^2 je alkyl, případně substituovaný, benzyl, alkenylová skupina, případně substituovaná, nebo alkenylová skupina, R^3 a R^4 každý představuje vodík nebo alkyl, a R^5 je fenylová skupina, případně substituovaná. Účinná sloučenina se připraví reakcí sloučeniny obecného vzorce V, ve kterém mají substituenty R^3 , R^4 a R^5 stejný význam jako bylo uvedeno shora a R^7 je alkylová skupina, s hydroxylaminovým derivátem H_2N-OX , ve kterém X je atom vodíku nebo skupina R^2 shora definovaná, a v případě, že X je vodík, se získaný meziprodukt nechá dále reagovat se sloučeninou R^2L , kde R^2 má stejný význam jako shora a L je odštěpitelná skupina, načež se získaný produkt vzorce I, v němž R znamená vodík, nechá reagovat v případě potřeby se sloučeninou RL , kde R má stejný význam jako shora s výjimkou vodíku a L má stejný význam jako shora, a získa-

ný produkt se popřípadě převede na sůl reakcí s bazickou sloučeninou.



Vynález se týká herbicidního prostředku na bázi oximinoetherových sloučenin a způsobu přípravy těchto sloučenin, které představují účinnou látku tohoto prostředku.

Podstata herbicidního prostředku podle vynálezu spočívá v tom, že obsahuje inertní nosičovou látku a jako účinnou sloučeninu obsahuje oximinoetherovou sloučeninu obecného vzorce I



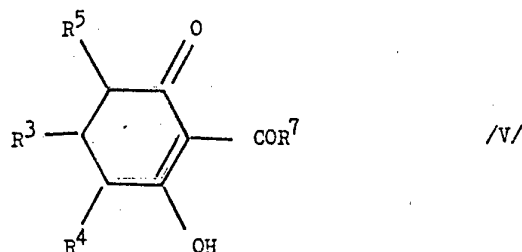
ve kterém

- R znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, alkanoylovou skupinu obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, fenylsulfonylovou skupinu nebo benzoylovou skupinu substituovanou alkylovou skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, které jsou případně substituovány jedním až třemi atomy halogenu, nebo anorganický nebo organický kationt,
- R¹ představuje alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,
- R² znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, která je případně substituována alkoxykarbonylovou skupinou obsahující 2 až 6 atomů uhlíku nebo cykloalkylovou skupinou obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, benzylovou skupinu, alkenylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, která je případně substituována jedním až třemi atomy halogenu, nebo alkinylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku,
- R³ a R⁴ každý představuje atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, a
- R⁵ představuje fenylovou skupinu, která je případně substituována jedním až třemi atomy halogenu, alkylovou skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, která je případně substituována jedním až třemi atomy halogenu, alkoxy skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, nebo alkylkarbonylovou skupinou obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, alkylendioxy skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxy skupinou obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, sulfonamidovou skupinou substituovanou jednou nebo dvěma alkylovými skupinami obsahujícími 1 až 4 atomy uhlíku, nebo hydroxy skupinou, kyanoskupinou nebo nitroskupinou.

Ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu obsahuje herbicidní prostředek podle uvedeného vynálezu účinnou látku obecného vzorce I, ve kterém

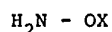
- R¹ představuje methylovou skupinu, ethylovou skupinu, n-propylovou skupinu nebo fenylovou skupinu,
- R² představuje alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo allylovou skupinu případně substituovanou halogenem,
- R³ a R⁴ každý představuje atom vodíku nebo methylovou skupinu a
- R⁵ má stejný význam jako bylo uvedeno shora.

Podstata způsobu přípravy účinné sloučeniny obecného vzorce I, obsažené ve výše uvedeném herbicidním prostředku, spočívá podle uvedeného vynálezu v tom, že se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce V



ve kterém mají substituenty R^3 , R^4 a R^5 stejný význam jako bylo uvedeno shora, a R^7 znamená alkylovou skupinu, obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,

s derivátem hydroxylaminu obecného vzorce



ve kterém znamená X atom vodíku nebo skupinu R^2 , která byla již definována výše, a v případě, že X značí vodík, se získaný meziprodukt nechá dále reagovat se sloučeninou obecného vzorce



ve kterém znamená L odštěpitelnou skupinu, jako je halogenid, sulfát nebo nitrát a R^2 má již shora uvedený význam,

načež se získaný produkt obecného vzorce I, ve kterém R znamená atom vodíku, nechá v případě potřeby reagovat se sloučeninou obecného vzorce



ve kterém mají R a L již shora uvedený význam, přičemž R má již shora uvedený význam s výjimkou vodíku, a získaný produkt se popřípadě převede na sůl reakcí s bazickou sloučeninou.

Uvedené herbicidní prostředky, resp. účinné sloučeniny, obsažené v těchto herbicidních prostředcích, projevují vysokou účinnost vůči nežádoucím travinám, přičemž současně projevují velmi malou účinnost nebo žádnou účinnost vůči užitečným druhům rostlin. U některých sloučenin obecného vzorce I bylo rovněž zjištěno, že jsou selektivní vůči malozrnným obilninám.

Obecně je možno uvést, že halogenalkylová skupina, včetně alkylového řetězce u fenylnalkylové skupiny, obsahuje výhodně 1 až 4 atomy uhlíku. Halogenalkenylová skupina nebo alkenylová skupina obsahují 3 až 6 atomů uhlíku, ve zvláště výhodném provedení 2 až 4 atomy uhlíku. Halogenalkylová skupina a halogenalkenylová skupina jsou ve výhodném provedení podle vynálezu substituovány jedním až třemi atomy halogenu. Ve výhodném provedení podle vynálezu jsou těmito halogenovými atomy atom fluoru a atom chloru. Cykloalkylová skupina obsahuje 3 až 6 atomů uhlíku, přičemž v obzvláště výhodném provedení podle vynálezu je touto skupinou cyklopropylová skupina. Případně substituovaná alkylová skupina může být obecně substituována jedním až třemi atomy halogenu, jak již bylo uvedeno.

Mezi vhodné acylové skupiny použité v různých substituentech uvedených výše, je možno zařadit alkanoylové skupiny obsahující 2 až 6 atomů uhlíku a případně substituované benzoylové skupiny nebo sulfoamidové skupiny substituované jednou nebo dvěma alkylovými skupinami obsahujícími 1 až 4 atomy uhlíku, nebo hydroxy skupinou, kyanoskupinou nebo nitroskupinou.

Mezi vhodné kationty patří podle uvedeného vynálezu kationty alkalických kovů a kovů alkalických zemin, dále ionty přechodných kovů a případně substituované amonné ionty.

Ve výhodném provedení podle vynálezu představuje substituent R atom vodíku nebo organický nebo anorganický kationt, nebo alkanoylovou skupinu obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, ve zvláště výhodném provedení je to acetylová skupina nebo alkylová skupina obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, nebo to mohou být fenylsulfonylová skupina nebo benzoylová skupina, které jsou případně substituovány jedním až třemi atomy halogenu.

Podle nejvýhodnějšího provedení představuje substituent R atom sodíku, draslíku nebo mědi nebo tetraalkylamonný kationt nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, nebo to může být fenylsulfonylová skupina nebo případně substituovaná benzoylová skupina nebo podle zvláště výhodného provedení je tímto substituentem atom vodíku.

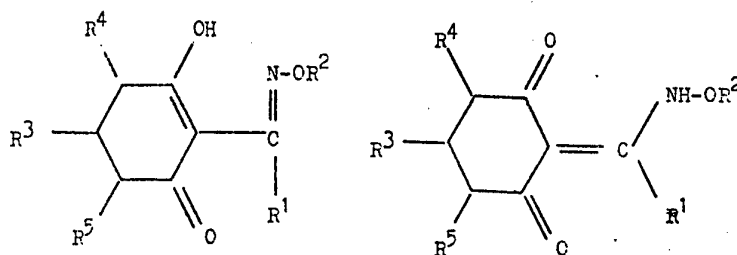
Podle výhodného provedení podle vynálezu představuje substituent R¹ alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, podle zvláště výhodného provedení je to methylová skupina, ethylová skupina nebo n-propylová skupina, nebo je to dále fenyllová skupina.

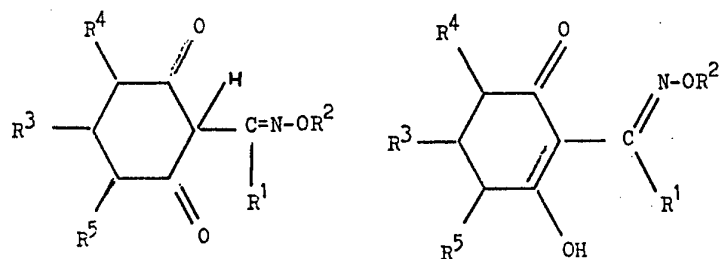
Ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu představuje substituent R² alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, která je případně substituována cykloalkylovou skupinou obsahující 3 až 6 atomů uhlíku nebo alkoxykarbonylovou skupinou obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, nebo je tímto substituentem alkenylová skupina obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, která je případně substituována jedním až třemi atomy halogenu nebo alkinylová skupina, obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, nebo benzylová skupina.

Ve zvláště výhodném provedení představuje substituent R² alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu obsahující 2 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkenylovou skupinu obsahující 2 až 4 atomy uhlíku, zejména je výhodná allylová skupina, která je případně substituována atomem chloru.

Ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu představuje substituent R³ atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, zejména je výhodný atom vodíku nebo methylová skupina.

V této souvislosti je třeba poznamenat, že v případě, kdy je substituentem R atom vodíku mohou sloučeniny podle uvedeného vynálezu existovat v libovolné z dále uvedených tautomerních forem:

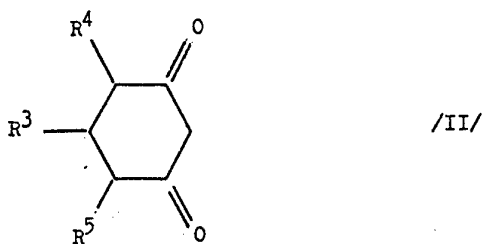
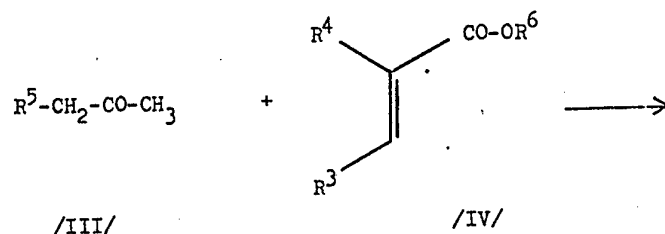




V popisu uvedeného vynálezu se uvedením libovolné z výše uvedených forem míní jakákoliv tautomerní forma nebo tautomerní směs, kterou uvedená forma tvoří. Pokud se týče prekurzorů, potom reakce libovolného tautomeru znamená kterýkoliv tautomer nebo tautomerní směs.

Vzhledem k tomu, že je obvykle nutno připravit výchozí sloučeniny při provádění postupu přípravy účinné látky podle uvedeného vynálezu, provádí se celkový postup obecně ve třech nebo čtyřech stupních. Tento kompletní postup, při kterém se dojde k požadovanému konečnému produktu, kterým je účinná látka herbicidního prostředku obecného vzorce I bude v dalším popsán podrobněji.

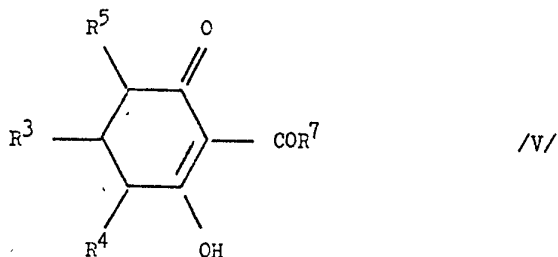
V prvním stupni se provádí příprava 4-/případně substituovaného fenyl/cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce II. Tato reakce se obvykle provádí tak, že se vzájemně nechají zreagovat sloučeniny obecného vzorce III a IV podle následující rovnice:



ve kterém znamená R^6 alkylovou skupinu, ve výhodném provedení methylovou skupinu nebo ethylovou skupinu, v přítomnosti alkoxidu alkalického kovu, jako je například methoxid sodný nebo ethoxid sodný. Tato reakce výhodně probíhá v přítomnosti inertního organického rozpouštědla, jako je například benzen, toluen nebo xylén, při teplotě okolí nebo při zvýšené teplotě, například při teplotě v rozmezí od 20 do 150 °C, ve výhodném provedení v rozmezí od 50 °C do teploty varu při zpětném chladiči.

Výchozí sloučeniny obecného vzorce III nebo IV jsou známými sloučeninami nebo jsou odvoditelné od známých sloučenin a získatelné běžnými postupy.

Druhý stupeň zahrnuje acylaci sloučeniny obecného vzorce II, přičemž se získá 2-acyl-4-/Případně substituovaný fenyl/cyklohexan-1,3-dion obecného vzorce V:



ve kterém představuje R^7 alkylovou skupinu. Tuto reakci je možno uskutečnit reakcí 4-/Případně substituovaného fenyl/-cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce II s kyselinou obecného vzorce:



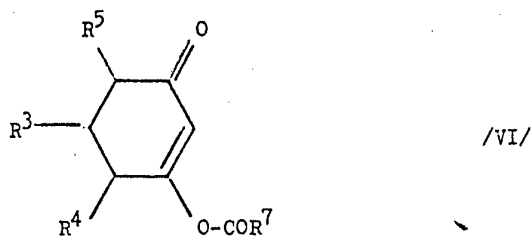
a/nebo se solí, anhydridem nebo chloridem této kyseliny. Tato reakce obvykle probíhá v přítomnosti polárního organického rozpouštědla, jako je například pyridin nebo acetonitril, při zvýšené teplotě, například při teplotě v rozmezí od 40 °C do 150 °C, v přítomnosti Lewisovy kyseliny, jako je například chlorid zinečnatý, kyanid zinečnatý, chlorid hlinitý, 4-/N,N-dimethyl-amino/pyridin, čili DMAP, nebo v přítomnosti polymerní Lewisovy kyseliny jako katalyzátoru, obsahující při nejmenším jednu pyridylaminovou funkční skupinu, jako je to například uvedeno v patentu AU 8652992.

V alternativním provedení, které představuje výhodné provedení, se acylace provádí reakcí 4-/případně substituovaného fenyl/cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce II s kyselinou obecného vzorce:



kde R^7 má již shora uvedený význam,

a/nebo se solí, anhydridem nebo halogenidem této kyseliny, v přítomnosti aminové báze jako rozpouštědla, přičemž ve výhodném provedení je touto látkou triethylamin nebo pyridin, za vzniku meziprojektu, t.zn. O-acylového derivátu obecného vzorce VI:



kde R^3 , R^4 , R^5 a R^7 mají již shora uvedený význam, a potom se zpracuje takto získaný meziprodukt obecného vzorce VI kyselinou obecného vzorce:



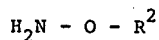
ve kterém má R^7 již shora uvedený význam,

nebo imidazolem nebo Lewisovou kyselinou, jako je například jedno z reakčních činidel uvedených výše, a tato reakce se ve výhodném provedení provádí v přítomnosti organického rozpouštědla, jako je například polární rozpouštědlo, například pyridin nebo acetonitril, nebo v přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla, jako je například toluen nebo xylen, nebo v přítomnosti halogenovaného uhlovodíku, jako je například dichlormethan, při teplotě v rozmezí od 20 do 150 °C.

Třetí stupeň zahrnuje přípravu sloučeniny obecného vzorce I podle uvedeného vynálezu. V případě, že substituentem R je atom vodíku, je možno tuto reakci provést reakcí sloučeniny obecného vzorce V s hydroxylaminem, za vzniku meziproduktu, kterým je oximový derivát obecného vzorce I, ve kterém představuje substituent R atom vodíku, přičemž potom následuje reakce uvedeného oximového derivátu se sloučeninou obecného vzorce



ve kterém znamená L odštěpitelnou skupinu, jako je například chlorid, bromid, jodid, sulfát, nitrát, methylsulfát, ethylsulfát, tetrafluoroborát, hexafluorofosfát, hexafluoroantimonát, methansulfonát, fluorsulfonát, fluormethansulfonát a trifluormethansulfonát a R^2 má již shora uvedený význam, nebo se v výhodném provedení postupu podle vynálezu provede reakce sloučeniny obecného vzorce V s derivátem obecného vzorce



Oximinace se ve výhodném provedení provádí při teplotě v rozmezí od 0 do 50 °C, obvykle při teplotě okolí, případně v přítomnosti voda a/nebo organického rozpouštědla, přičemž ve výhodném provedení je tímto rozpouštědlem alkohol, jako například methanol nebo ethanol, a případně v přítomnosti bazické sloučeniny, výhodně v přítomnosti aminové bazické látky, jako je například triethylamin.

Případně prováděný stupeň, to znamená čtvrtý stupeň, zahrnuje nahrazení vodíkového atomu R substituentem výše definovaného typu. Toto nahrazení je možno provést běžným způsobem reakcí se vhodnou sloučeninou obecného vzorce



ve kterém L znamená odštěpitelnou skupinu, která byla již definována výše a R má již shora uvedený význam,

kromě vodíku,

nebo s anorganickou nebo s organickou bazickou sloučeninou nebo se solí, ve výhodném provedení při teplotě v rozmezí od 20 do 50 °C v přítomnosti organického rozpouštědla a/nebo vody.

Sloučenina obecného vzorce V může být převedena na jinou sloučeninu obecného vzorce V substitucí fenylového kruhu, například acylací, nitrací nebo sulfonací, a/nebo derivatizační reakcí, přičemž se použije běžných metod.

Uvedené meziprodukty obecného vzorce V a VI jsou novými sloučeninami.

U sloučenin obecného vzorce I bylo podle vynálezu zjištěno, že projevují zajímavou účinnost jako herbicidní látky, přičemž tyto sloučeniny projevují vysokou účinnost vůči nežádoucím travinám, jako jsou například psárka polní, oves hluchý, lipnice luční, kostřava a ježatka kuří noha, přičemž tyto sloučeniny projevují současně velmi malou účinnost nebo neprojevují vůbec žádnou účinnost vůči užitečným druhům rostlin, na které není tento účinek zaměřen, ke kterým patří lněné semeno, hořčice, cukrová řepa, řepka olejnatá a soja. U některých sloučenin obecného vzorce I bylo rovněž zjištěno, že jsou selektivní vůči malozrnným obilninám. Herbicidní prostředek podle vynálezu, který se zejména používá jako graminicidní prostředek, obsahuje tedy jako účinnou látku sloučeninu obecného vzorce I, která byla již výše definována, v kombinaci s přinejmenším jednou nosičovou látkou.

Při potírání nežádoucích druhů rostlin na daných místech se tato místa opatří aktivní sloučeninou nebo herbicidním prostředkem podle vynálezu. Tímto uvedeným místem může být například plocha, na které se pěstují kulturní plodiny, a na které se provádí selektivní potírání plevelů účinkem herbicidního prostředku nebo aktivní látky podle vynálezu.

Aplikace těchto látek na dané místo může být buďto preemergentní nebo postemergentní. Dávka aplikované účinné látky se může pohybovat v rozmezí například od 0,01 do 10 kg na hektar, přičemž ve výhodném provedení podle vynálezu se používá dávka v rozmezí od 0,05 do 4 kg/hektar.

Nosičovým materiálem může být v prostředku podle vynálezu jakýkoliv materiál, se kterým je možno účinnou látku smíchat, přičemž se usnadní aplikace této látky na místo, které je určené k ošetření, kterým může být například místo, na kterém se pěstuje určená rostlina, do které jsou zasazena semena, nebo to může být samotná půda, nebo je to látka, která usnadňuje skladování, transport nebo manipulaci s účinnou látkou. Tímto nosičovým materiálem může být pevná látka nebo kapalina, včetně látek, které jsou za normálních podmínek v plynném stavu, ovšem které byly stlačeny na formu kapaliny, a dále libovolně běžně používané látky při přípravě herbicidních prostředků. Ve výhodném provedení podle vynálezu obsahují tyto herbicidní prostředky účinnou látku v množství v rozmezí od 0,5 do 95 % hmotnosti.

Mezi vhodné nosičové materiály je možno zařadit přírodní a syntetické hlíny a křemičitany, jako jsou například přírodní křemičitany, mezi kterými je možno uvést například rozsivkové zeminy, dále křemičitany hořečnaté, jako jsou například mastky, dále křemičitany hořečnatohlinité, jako jsou například attapulgit a vermikulity, dále křemičitany hlinité, jako jsou například kaolinity, montmorillonity a slídy, dále jsou to uhličitany vápenatý, síran vápenatý, síran amonný, syntetické hydratované oxidy křemíku a syntetické křemičitany vápníku a hliníku, dále různé prvky, jako například uhlík a síra, dále různé syntetické a v přírodě se vyskytující pryskyřice, jako je například kumaronová pryskyřice, polyvinylchlorid a styrenové polymery a kopolymery, dále pevné polychlorfenoly, bitumeny, vosky a pevná hnojiva, jako například superfosfáty.

Mezi vhodné kapalně nosičové látky je možno zahrnout vodu, alkoholy, jako jsou například isopropanol a glykoly, dále ketony, jako jsou například aceton, methylethylketon,

methyloisobutylketon a cyklohexanon, dále etery, aromatické nebo aralifatické uhlovodíky, jako jsou například benzen, toluen a xylen, dále různé ropné frakce, jako je například petrolej a lehké minerální oleje, dále chlorované uhlovodíky, jako jsou například tetra-chlorid uhličitý, perchlorethylen a trichlorethan. Rovněž je vhodné použít směsí různých výše uvedených kapalin.

Zemědělské prostředky se velmi často připravují a dopravují v koncentrované formě, která se potom na místě použití zředí před aplikací samotným uživatelem. Přítomnost malého množství nosičového materiálu, který je současně povrchově aktivním činidlem, tento proces zředování značně usnadňuje. Proto je ve výhodném provedení jedním z nosičových materiálů v herbicidním prostředku podle uvedeného vynálezu povrchově aktivní činidlo. Například může herbicidní prostředek podle vynálezu obsahovat dva nosičové materiály, přičemž při nejmenším jedním z těchto materiálů je povrchově aktivní činidlo.

Tímto výše uvedeným povrchově aktivním činidlem může být například emulgační činidlo, dispergační činidlo nebo smáčení činidlo, přičemž tyto látky mohou být neionogenní nebo iontové povahy. Jako příklad vhodných povrchově aktivních činidel je možno uvést sodné nebo vápenaté soli polyakrylových kyselin a ligninsulfonových kyselin, dále kondenzační produkty mastných kyselin nebo alifatických aminů nebo amidů, které obsahují při nejmenším 12 atomů uhlíku v molekule, s ethylenoxidem a/nebo s propylenoxidem, dále estery mastných kyselin s glycerínem, sorbitem, sacharozou nebo pentaerythritolem, dále kondenzační produkty těchto výše uvedených látek s ethylenoxidem a/nebo s propylenoxidem, dále kondenzační produkty mastných alkoholů nebo alkylfenolů, jako je například p-oktyl-fenol nebo p-oktylkresol, s ethylenoxidem a/nebo s propylenoxidem, dále sulfáty nebo sulfonáty těchto uvedených kondenzačních produktů, dále soli alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin, ve výhodném provedení soli sodné, esterů kyseliny sírové nebo sulfonové, které obsahují při nejmenším 10 atomů uhlíku v molekule, jako jsou například laurylsulfát sodný, sekundární alkylsulfáty sodné, sodné soli sulfonovaného ricinového oleje a sodné soli alkylarylsulfonátů, jako jsou například dodecylbenzensulfonát, a dále polymery ethylenoxidu a kopolymery ethylenoxidu a propylenoxidu.

Herbicidní prostředky podle uvedeného vynálezu mohou být například připraveny ve formě smáčitelných prášků, granulí, roztoků, zemulgovatelných koncentrátů, emulzí, suspenzních koncentrátů a aerosolů. Smáčitelné prášky obvykle obsahují účinnou látku v množství 25 % hmotnostních, 50 % hmotnostních nebo 75 % hmotnostních, a kromě toho obsahují mimo pevného inertního nosičového materiálu obvykle ještě dispergační činidlo v množství v rozmezí od 3 do 10 % hmotnostních, a v případě potřeby ještě obsahují tyto smáčitelné prášky 0 až 10 % hmotnostních stabilizační přísady nebo stabilizačních přísad a/nebo jiných přídavných látek, jako jsou například penetrační látky nebo pojiva. Popraše se obvykle připravují ve formě poprašových koncentrátů, přičemž tyto materiály mají podobné složení jako výše uvedené smáčitelné prášky, ovšem popraše neobsahují dispergační činidlo, a tyto popraše se zředují přímo v polních podmínkách s dalším pevným nosičovým materiálem za vzniku herbicidního prostředku, který obsahuje účinnou látku v množství v rozmezí od 0,5 do 10 % hmotnostních. Granule se obvykle připravují tak, že velikost jejich částic se pohybuje v rozmezí od 1,676 do 0,152 milimetru a tyto granule je možno připravit aglomerační technikou nebo impregnační metodou. Obvykle tyto granule obsahují účinnou látku v množství v rozmezí od 0,5 do 75 % hmotnostních, přičemž dále obsahují 0 až 10 % hmotnostních dalších přídavných látek, jako jsou stabilizační přísady, povrchově aktivní činidla, pomalu se uvolňující modifikátory a pojivová činidla. Tak zvané "suché tekuté prášky" jsou tvořeny relativně malými granulemi, ve kterých je relativně vysoká koncentrace účinné látky. Zemulgovatelné koncentráty obvykle obsahují kromě rozpouštědla, a v případě potřeby ještě korozpouštědla, účinnou látku v množství v rozmezí od 10 do 50 % hmotnostních na celkový objem, přičemž dále obsahují 2 až 20 % hmotnostních na celkový objem emulgačních činidel a 0 až 20 % hmotnostních na celkový objem dalších přídavných činidel, jako jsou například stabilizační činidla, penetrační činidla

a inhibitory koroze. Suspenzní koncentráty jsou obvykle vytvořeny tak, aby vznikly stabilní, nesedimentující tekuté produkty, přičemž tyto materiály obvykle obsahují účinnou látku v množství v rozmezí od 10 do 75 % hmotnostních, přičemž tyto materiály dále obsahují 0,5 až 15 % hmotnostních dispergačních činidel, 0,1 až 10 % hmotnostních suspenzačních činidel, jako jsou například ochranné koloidní látky a thixotropní činidla, 0 až 10 % hmotnostních dalších přídavných látek, jako jsou protipěnicí činidla, inhibitory koroze, stabilizátory, penetrační látky a pojiva, a dále vodu nebo organickou kapalinu, ve které jsou účinné látky v podstatě nerozpustné, přičemž kromě toho mohou být v těchto prostředcích rozpuštěny určité organické pevné látky nebo anorganické soli, které napomáhají zabráňovat sedimentaci nebo zde slouží jako protimrznoucí činidla v případě použití vody.

Do rozsahu uvedeného vynálezu rovněž patří vodné disperze a emulze, jako jsou například prostředky získané zředěním smáčitelného prášku nebo koncentrátu podle uvedeného vynálezu, které byly specifikovány výše, vodou. Tyto výše uvedené emulze mohou být typu voda v oleji nebo typu olej ve vodě, přičemž tyto emulze mohou mít tuhou "majonézovou" konzistenci.

Herbicidní prostředky podle uvedeného vynálezu mohou rovněž obsahovat i další přídavné látky, jako jsou například další jiné sloučeniny, které projevují herbicidní, insekticidní nebo fungicidní vlastnosti. Předpokládá se, že určité kombinace látek projevují synergické účinky.

Uvedený vynález bude v dalším ilustrován pomocí příkladů provedení. Příklady 1 až 78 se týkají postupu přípravy prekurzorů, přičemž zbývající příklady se týkají postupu přípravy sloučenin obecného vzorce I. Složení získaných sloučenin bylo potvrzeno hmotovou spektrometrickou analýzou a analýzou pomocí nukleární magnetické rezonance.

Příklad 1

Postup přípravy 4-(4-methoxyfenyl)cyklohexan-1,3-dionu

Podle tohoto provedení byla směs obsahující 4-methoxyfenylaceton (v množství 50 gramů) a methylakrylát (v množství 26,2 gramu) přidávána po kapkách k míchané suspenzi methoxidu sodného (připravené ze 7,5 gramu sodníku v 50 mililitrech methanolu) v suchém xylenu (v množství 160 mililitrů), což bylo prováděno při teplotě okolí. Takto získaný výsledný roztok byl potom zahříván pod zpětným chladičem po dobu 3 hodin. Potom byl použitý xylene odpařen za použití vakua a získaný zbytek byl rozdělen mezi vodu a diethyleter. Vodná fáze byla dále extrahována diethyleterem. Vodná vrstva byla nakonec okyselena za pomoci koncentrované kyseliny chlorovodíkové, čímž bylo dosaženo vysrážení 4-(4-methoxyfenyl)cyklohexan-1,3-dionu (v množství 37 gramů) ve formě bílé pevné látky, která byla promyta etherem a po tomto promytí byla zjištěna teplota tání produktu v rozmezí od 150 do 151 °C.

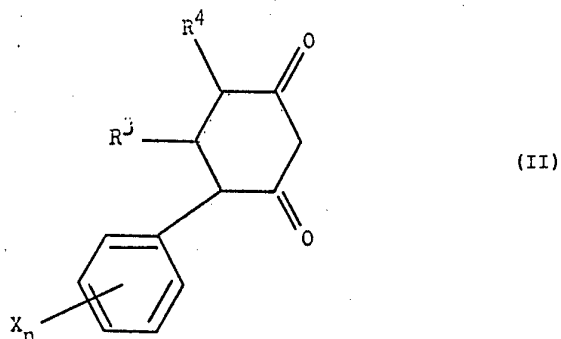
Analýza:

teoretická hodnota pro $C_{13}H_{14}O_3$: C = 71,5 %, H = 6,4 %

nalezeno: C = 70,7 %, H = 6,4 %.

Stejným způsobem jako sloučenina v tomto příkladu byly připraveny i následující prekurzorové sloučeniny obecného vzorce II, které jsou uvedeny v tabulce č. 1.

TABULKA č. 1



Příklad č.	X_n	R^3	R^4	Analýza C (%)		H (%)		Teplota tání (°C)
				vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	
2	H	H	H	76,6	76,1	6,4	6,4	110-112
3	4-Cl	H	H	64,9	64,7	5,0	5,1	140-142
4	2-Cl	H	H	64,9	64,5	5,0	5,1	145-147
5	2-MeO	H	H	71,5	69,6	6,4	6,5	68- 70
6	4-Me	H	H	77,2	77,3	6,9	7,0	157-159
7	2-Me	H	H	77,2	73,8	6,9	6,7	39- 40
8	H	H	Me	77,2	76,2	6,9	6,5	41- 42
9	4-OMe	Me	H	72,4	72,2	6,9	6,9	118-119
10	4-Me	Me	H	77,7	76,6	7,4	7,5	141-142
11	2,5-di-Me	H	H	77,7	76,6	7,4	7,5	141-142
12	3,4-di-Me	H	H	77,7	77,9	7,4	7,4	olej
13	2,4-di-Me	H	H	77,7	72,0	7,4	7,5	145-146
14	4-F	H	H	69,9	70,6	5,3	5,7	131-133
15	3,4-methylen- dioxy	H	H	67,2	67,2	5,2	5,1	130-132
16	3-MeO	H	H	71,6	71,6	6,4	6,5	115-117
17	3-CF ₃	H	H	60,9	59,7	4,3	4,3	176-178
18	3,4-di-MeO	H	H	67,7	67,5	6,5	6,4	126-129
19	3-Cl	H	H	64,7	65,0	4,9	5,1	olej
20	3-Me	H	H	77,2	76,5	6,9	6,6	101-102
21	3-CH ₂ =CH- CH ₂ -O	H	H	73,8	71,8	6,6	6,9	olej
22	3-nBuO	H	H	73,8	68,3	7,7	7,9	olej

Příklad č.	X_n	R^3	R^4	Analýza		H (%)		Teplota tání (°C)
				vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	
23	2-F	H	H	69,9	68,5	5,3	5,4	157-160
24	3-EtO	H	H	72,4	70,0	6,9	7,2	87- 91
25	3-nPrO	H	H	73,2	69,0	7,3	7,0	olej
26	3-HO	H	H	70,6	69,7	5,9	5,4	olej
27	4-CN	H	H	73,2	72,7	5,2	5,1	163-165

Příklad 28

Postup přípravy 2-butyryl-3-hydroxy-4-(4-methoxyfenyl)-cyklohex-
-2-en-1-onu

Podle tohoto příkladu provedení byl triethylamin v množství 11,1 gramu po kapkách přidáván k míchanému roztoku, který obsahoval 4-(4-methoxyfenyl)cyklohexan-1,3-dion v množství 21,8 gramu a n-butyrylchlorid v množství 17,6 gramu v methylenchloridu (o objemu 100 mililitrů), což bylo prováděno při teplotě okolí. Potom byla tato směs promíchávána po dobu další jedné hodiny a takto získaný reakční roztok byl promyt potom vodou, solankou a usušen za pomoci bezvodého síranu hořečnatého. Použitý methylenchlorid byl potom odstraněn za použití vakua, přičemž tímto shora uvedeným způsobem byla získána směs 4-(4-methoxyfenyl)-1-butyryloxy-1-en-3-onu a 6-(4-methoxyfenyl)-1-butyryloxy-1-en-3-onu. Potom byl k této směsi přidán toluen (v množství 150 mililitrů) a v další fázi byl potom přidán 4-(N,N-dimethylamino)pyridin v množství 0,5 gramu, a takto získaná směs byla potom zahřívána pod zpětným chladičem při teplotě varu použitého rozpouštědla po dobu 8 hodin. Použitý toluen byl potom odpařen za použití vakua, přičemž byl získán červený olej. V dalším postupu bylo potom provedeno přečištění produktu v koloně naplněné silikagelem, přičemž jako elučního činidla bylo použito směsi 5 % obj./obj. diethyleteru a methylenchloridu. Tímto způsobem byla získána požadovaná výsledná sloučenina (v množství 25 gramů) ve formě oranžového oleje.

Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 288.

Teoretická hodnota pro $C_{17}H_{20}O_4$: C = 70,8 H = 6,9 %
nalezeno: C = 70,6 H = 6,8 %.

Příklad 29

Postup přípravy 2-acetyl-3-hydroxy-4-(4-fluorfenyl)-cyklohex-
-2-en-1-on

Podle tohoto příkladu provedení byl roztok, který obsahoval 4-(4-fluorofenyl)cyklohexan-1,3-dion v množství 4 gramy, anhydrid kyseliny octové v množství 6 mililitrů a 4-(N,N-dimethylamino)pyridin v množství 0,2 gramu v toluenu (o objemu 50 mililitrů), zpracováván zahříváním pod zpětným chladičem při teplotě varu rozpouštědla po dobu 3 hodin. Potom byl použitý toluen odpařen za použití vakua, přičemž byl získán červený olej,

který byl potom přečištěn v koloně naplněné silikagelem, přičemž jako elučního činidla bylo použito směsi 5 % (obj./obj.) diethyleteru a methylenchloridu. Tímto způsobem byla získána požadovaná sloučenina, která je uvedena v záhlaví tohoto příkladu ve formě žluté pevné látky a v množství 4 gramy. Teplota tání takto získaného produktu se pohybovala v rozmezí od 67 do 68 °C.

Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 248

Teoretická hodnota pro $C_{14}H_{13}O_3F$: C = 67,7 % H = 5,2 %

nalezeno: C = 67,8 % H = 5,4 %.

Příklad 30

Postup přípravy 2-butyryl-3-hydroxy-4-fenyl-cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto postupu byl chlorid zinečnatý v množství 7,1 gramu přidán k pyridinu v množství 50 mililitrů, přičemž potom následoval přídavek 4-fenyl-cyklohexan-1,3-dionu v množství 5 gramů. Potom byl k této směsi přidán n-butyrylchlorid v množství 2,6 gramu, přičemž byl tento přídavek prováděn po kapkách, a takto získaná směs byla zahřívána při teplotě varu použitého rozpouštědla pod zpětným chladičem po dobu 4 hodiny. Potom byla tato reakční směs ochlazena a získaná směs byla nalita do 5N roztoku kyseliny chlorovodíkové (v množství 200 mililitrů) a vodná fáze byla extrahována methylenchloridem. Získané extrakty byly potom sušeny za pomoci síranu hořečnatého, potom byly zfiltrvány a odpařeny, přičemž byl získán červený olej. Tato látka byla potom přečištěna v koloně naplněné silikagelem, přičemž jako elučního činidla bylo použito methylenchloridu. Tímto způsobem byla získána požadovaná sloučenina, která je uvedena v záhlaví tohoto příkladu ve formě oranžového oleje (v množství 2,15 gramu).

Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 258

Teoretická hodnota pro $C_{16}H_{18}O_3$: C = 74,4 % H = 7,0 %

nalezeno : C = 74,3 % H = 7,1 %.

Příklad 31

Postup přípravy 3-hydroxy-2-propionyl-4-(4-methyl-3-nitrofenyl)cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto příkladu se postupovalo tak, že 3-hydroxy-2-propionyl-4-(4-methylfenyl)cyklohex-2-en-1-on (v množství 1,2 gramu) v anhydridu kyseliny octové v množství 3 gramy, byl chlazen na teplotu 5 °C. Potom byl přidán roztok dčmavé kyseliny dusičné (v množství 0,42 gramu) v ledové kyselině octové (v množství 0,3 gramu) a v anhydridu kyseliny octové (v množství 0,3 gramu), přičemž tento přídavek byl prováděn po kapkách a po dobu v intervalu 5 minut. Potom bylo prováděno míchání po dobu další jedné hodiny při teplotě 5 °C a potom po dobu 2 hodin při teplotě místnosti, přičemž potom byla směs takto získaná nalita do směsi ledu a vody (o objemu 100 mililitrů). Vodný roztok byl potom extrahován diethyleterem. Tímto způsobem získané extrakty byly potom promyty vodným roztokem hydrogenuhlčitanu sodného, potom byly sušeny pomocí síranu hořečnatého a nakon nec byly přefiltrovány, přičemž použitý eter byl odpařen za použití vakua. Tímto způsobem byl získán zbytek, který byl vyčištěn v koloně naplněné silikagelem, přičemž jako elučního činidla bylo použito chloroformu. Tímto způsobem byla získána požadovaná sloučenina uvedená v záhlaví tohoto příkladu v množství 0,5 gramu, přičemž tato látka byla získána ve formě žlutého oleje.

Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 303

Teoretická hodnota pro $C_{16}H_{17}NO_5$: C = 63,4 %, H = 5,6 %, N = 4,6 %

nalezeno : C = 62,9 %, H = 5,4 %, N = 4,3 %.

Příklad 32

Postup přípravy 3-hydroxy-2-propionyl-4-(3-N,N-dimethyl-sulfonamido-4-methylfenyl)cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto příkladu provedení byla kyselina chlorsulfonová v množství 20 mililitrů přidávána po kapkách k roztoku obsahujícímu 3-hydroxy-2-propionyl-4-(4-methylfenyl)cyklohex-2-en-1-onu v množství 3,25 gramu v chloroformu (v množství 40 mililitrů), přičemž tento roztok byl chlazen na ledové lázni. Potom byla tato směs promíchávána při teplotě místnosti po dobu 4 hodin a potom byla opatrně nalita na led. Takto vzniklá chloroformová vrstva byla oddělena a vodná fáze byla extrahována větším množstvím chloroformu. Tímto způsobem byly získány spojené extrakty, které byly potom sušeny za pomoci síranu hořečnatého, zfiltrvány a použitý chloroform byl odpařen za použití vakua, přičemž tímto shora uvedeným postupem byl získán 3-hydroxy-2-propionyl-4-(3-chlorsulfonyl-4-methylfenyl)cyklohex-2-en-1-on v množství 4,4 gramu. K této látce byla potom přidána voda v množství 50 mililitrů, přičemž potom byl přidán dimethylamin v množství 2 gramy a takto získaný roztok byl potom míchán při teplotě místnosti po dobu 1,5 hodiny. Takto vzniklý roztok byl potom okyselen pomocí zředěného roztoku kyseliny chlorovodíkové a potom byl tento roztok extrahován dichlormethanem. V následujícím postupu byl tento roztok sušen pomocí síranu hořečnatého a použitý dichlormethan byl odpařen za použití vakua, přičemž byl získán světle žlutý olej. Potom byl takto získaný materiál přečištěn v koloně naplněné silikagelem, přičemž jako elučního činidla bylo použito chloroformu. Tímto způsobem byla získána požadovaná sloučenina uvedená v záhlaví tohoto příkladu v množství 4,0 gramy ve formě bílé pevné látky. Teplota tání takto získaného produktu se pohybovala v rozmezí od 95 do 97 °C.

Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 365

Teoretická hodnota pro $C_{18}H_{23}NO_5S$: C = 59,2 %, H = 6,3 %, N = 3,8 %

nalezeno : C = 59,0 %, H = 6,5 %, N = 3,8 %.

Příklad 33

Postup přípravy 2-butyryl-3-hydroxy-4-(3-acetyl-4-hydroxyfenyl)cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto příkladu provedení byl 2-butyryl-3-hydroxy-4-(4-methoxyfenyl)cyklohex-2-en-1-on v množství 7,1 gramu v dichlorethanu v množství 35 mililitrů přidán k suspenzi chloridu hlinitého v množství 10,5 gramu v dichlorethanu (50 mililitrů) při teplotě 0 °C. Po promíchání, které trvalo 0,5 hodiny, byl k tomuto roztoku přidán roztok acetylchloridu (v množství 2,2 gramy) v dichlorethanu (v množství 25 mililitrů), přičemž tento přídatek byl prováděn po kapkách. Potom byla tato směs promíchávána po dobu další 0,5 hodiny při teplotě 0 °C a reakční směs byla potom ponechána, přičemž její teplota se zvýšila na teplotu místnosti a potom byla tato směs nalita do ochlazeného roztoku 5 N kyseliny chlorovodíkové (v množství 50 mililitrů). Vodný roztok byl potom extrahován dichlormethanem. Získané extrakty byly potom sušeny síranem hořečnatým a odpařeny za použití vakua, přičemž tímto způsobem byl získán červený olejovitý materiál. Tento materiál byl potom přečištěn v koloně naplněné silikagelem, přičemž bylo použito jako elučního roztoku 5 % (obj./obj.) diethyletheru a dichlormethanu. Tímto způsobem byla získána požadovaná sloučenina uvedená v záhlaví tohoto příkladu v množství 1,3 gramu ve formě čistého oleje.

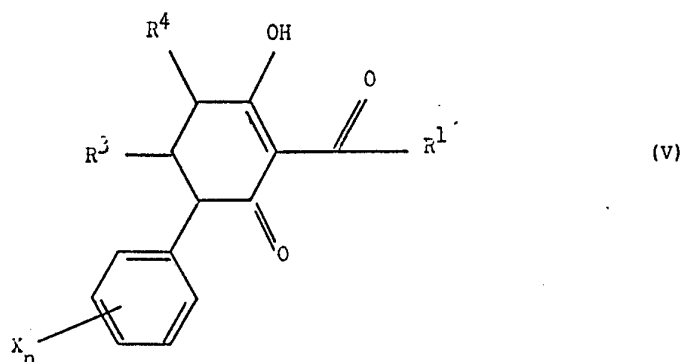
Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 316

Teoretické hodnoty pro $C_{18}H_{20}O_5$: C = 68,3 %, H = 6,3 %

nalezeno : C = 67,8 %, H = 6,5 %.

Způsobem analogickým, jako byly postupy přípravy v uvedených příkladech 28 až 33, byly připraveny i následující prekurzorové sloučeniny obecného vzorce V, které jsou uvedeny v následující tabulce č. II.

TABULKA č. II



Příklad č.	X_n	R^1	R^3	R^4	Analýza				Teplota tání (°C) /olej
					vypoč- teno	C (%) nale- zeno	H (%) vypoč- teno	nale- zeno	
34	H	Et	H	H	73,8	73,8	6,6	6,5	68- 70
35	4-Cl	n_{Pr}	H	H	65,6	65,8	5,8	6,0	žlutý olej
36	2-Cl	n_{Pr}	H	H	65,6	65,5	5,8	5,9	žlutý olej
37	4-Cl	Et	H	H	64,6	64,2	5,4	5,5	žlutý olej
38	2-Cl	Et	H	H	64,6	64,3	5,4	5,4	90- 92
39	2-Me	n_{Pr}	H	H	75,0	73,9	7,4	7,4	37- 38
40	4-Me	n_{Pr}	H	H	75,0	73,9	7,4	7,4	žlutý olej
41	2-Me	Et	H	H	74,4	74,6	6,9	6,9	olej
42	4-Me	Et	H	H	74,4	73,6	6,9	6,8	olej
43	H	n_{Pr}	H	Me	75,0	74,5	7,4	7,4	žlutý olej
44	4-MeO	Et	Me	H	70,8	68,4	6,9	6,8	žlutý olej
45	4-Me	n_{Pr}	Me	H	75,5	75,7	7,7	7,8	žlutý olej
46	4-Me	Et	Me	H	75,0	73,6	7,3	7,3	žlutý olej

Příklad č.	X_n	R^1	R^3	R^4	Analýza				Teplota tání (°C) /olej
					vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	
47	2-Ome	Et	H	H	70,1	71,1	6,6	6,6	104-106
48	2,5-di- -Me	Et	H	H	75,0	74,9	7,3	7,5	109-110
49	2,5-di- -Me	nPr	H	H	75,5	75,1	7,7	8,0	78- 80
50	3,4-di- -Me	Et	H	H	75,0	75,2	7,3	7,3	113-115
51	3,4-di- -Me	nPr	H	H	75,5	75,6	7,7	7,8	40- 42
52	2,4-di- -Me	Et	H	H	75,0	74,6	7,4	7,4	40- 41
53	2,4-di- -Me	nPr	H	H	75,7	75,8	7,7	7,8	olej
54	4-F	Et	H	H	68,7	69,6	5,7	5,9	olej
55	4-F	nPr	H	H	69,5	69,3	6,1	6,1	olej
56	3,4- methylen- dioxy	Me	H	H	65,7	65,6	5,1	5,1	98- 99
57	3,4- methylen- dioxy	Et	H	H	66,6	66,7	5,5	5,5	100-101
58	3,4- methylen- dioxy	nPr	H	H	67,5	65,9	5,9	5,8	olej
59	3-MeO-	Et	H	H	70,0	69,4	5,6	6,6	olej
60	3-MeO-	Me	H	H	69,2	68,2	6,1	6,1	olej
61	4-SO ₂ NHEt	Et	H	H	58,1	59,7	6,0	6,3	olej
					N (%)				
					4,0	4,5			
62	4-SO ₂ NMe ₂	Et	H	H	58,1	59,7	6,0	6,3	olej
					N (%)				
					4,0	4,5			
63	2-MeO	nPr	H	H	70,8	69,3	6,9	7,0	67- 69
64	3-CF ₃	nPr	H	H	62,6	62,7	5,2	5,6	olej
65	3-CF ₃	Et	H	H	61,5	61,4	4,8	4,8	olej
66	3,4-di- -MeO	Et	H	H	67,1	67,0	6,6	6,5	olej

Příklad č.	X_n	R^1	R^3	R^4	Analýza				Teplota tání (°C) /olej
					vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	
67	3,4-di- -MeO	nPr	H	H	67,9	67,5	6,9	6,8	olej
68	3-Cl	Et	H	H	64,6	63,8	5,4	5,5	olej
69	3-Me	Et	H	H	74,4	74,0	6,9	7,1	olej
70	3-CH ₂ = =CH.CH ₂ O	Et	H	H	72,0	73,4	6,7	6,9	olej
71	3-nBuO-	Et	H	H	72,2	72,2	7,6	7,5	olej
72	2-F	Et	H	H	68,7	68,6	5,7	5,9	77- 81
73	3-EtO	Et	H	H	70,8	70,3	6,9	6,9	olej
74	3-nPrO	Et	H	H	71,5	66,8	7,3	7,0	olej
75	3-HO	Et	H	H	69,2	68,0	6,2	6,9	olej
76	4-Cn	Et	H	H	71,4	71,4	5,6	5,6	90- 91
77	H	Ph	H	H	78,1	74,7	5,5	6,0	olej
78	3-n-PrO	nPr	H	H	72,2	70,4	7,6	7,5	olej

Příklad 79

Postup přípravy 2-[1-(allyloxyimino)-n-butyl]-3-hydroxy-
-4-(4-methoxyfenyl)cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto provedení byl triethylamin v množství 1,2 gramu přidán k roztoku 2-butyryl-3-hydroxy-4-(4-methoxyfenyl)cyklohex-2-en-1-onu (v množství 2,9 gramu) a O-allylhydroxylaminhydrochloridu (v množství 1,2 gramu) v absolutním ethanolu (o objemu 50 mililitrů) při teplotě okolí. Po promíchání této směsi, které bylo prováděno přes noc při uvedené teplotě byl použitý ethanol odpařen za použití vakua, přičemž k takto získanému zbytku byla přidána voda a vodný roztok byl extrahován methylenchloridem. Získané organické extrakty byly potom sušeny za použití bezvodého síranu hořečnatého a potom byly odpařeny za použití vakua. Získaný zbytek byl zpracován chromatografickým postupem v koloně naplněné silikagelem, přičemž jako elučního činidla bylo použito 10 %-ní směsi Et₂O a CH₂Cl₂. Tímto způsobem byla získána výsledná sloučenina, uvedená v záhlaví příkladu, v množství 2,3 gramu a ve formě žlutého oleje.

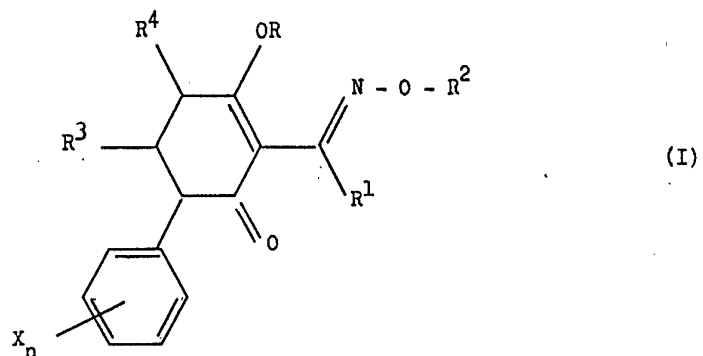
Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 343, vypočteno 343

Teoretická hodnota pro C₂₀H₂₅NO₄ : C = 69,9 %, H = 7,3 %, N = 4,1 %.

nalezeno : C = 70,6 %, H = 7,4 %, N = 4,2 %.

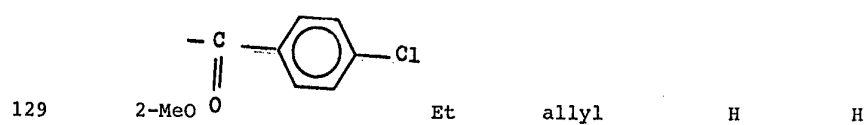
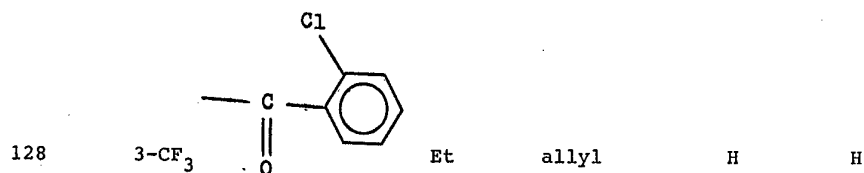
Následující sloučeniny obecného vzorce I, které jsou uvedeny v dále uvedené tabulce č. III, byly připraveny stejným způsobem, jako je uvedeno výše, zejména bylo použito postupu stejného jako v předchozím příkladu.

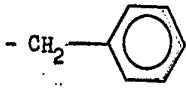
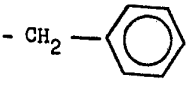
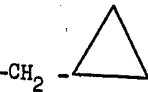
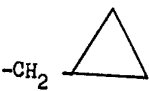
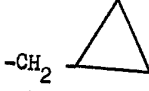
TABULKA č. III

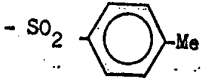


Příklad č.	X _n	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
80	4-Me	H	Et	allyl	H	H
81	4-Me	H	Et	Et	H	H
82	2-Me	H	Et	allyl	H	H
83	2-Me	H	Et	Et	H	H
84	4-Me	H	nPr	Et	H	H
85	4-Me	H	nPr	allyl	H	H
86	2-Me	H	nPr	Et	H	H
87	2-Me	H	nPr	allyl	H	H
88	H	H	nPr	allyl	H	H
89	H	H	nPr	Et	H	H
90	H	H	Et	allyl	H	H
91	H	H	Et	Et	H	H
92	4-Cl	H	nPr	allyl	H	H
93	2-Cl	H	nPr	Et	H	H
94	2-Cl	H	nPr	allyl	H	H
95	4-Cl	H	Et	Et	H	H
96	4-Cl	H	Et	allyl	H	H
97	2-Cl	H	Et	Et	H	H
98	H	H	nPr	allyl	H	Me
99	4-OmE	H	nPr	Et	H	H
100	4-OmE	H	Et	allyl	Me	H
101	4-OmE	H	Et	Et	Me	H

Příklad č.	X _n	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
102	4-Me	H	Et	Et	Me	H
103	4-Me	H	Et	allyl	Me	H
104	4-Me	H	nPr	Et	Me	H
105	4-Me	H	nPr	allyl	Me	H
106	4-OMe	H	nPr	benzyl	H	H
107	2-Cl	H	Et	allyl	H	H
108	2-OMe	H	Et	Et	H	H
109	2-OMe	H	Et	allyl	H	H
110	2-OMe	H	Et	Et	H	H
111	2,5-di-Me	H	nPr	Et	H	H
112	2,5-di-Me	H	nPr	allyl	H	H
113	2,5-di-Me	H	Et	Et	H	H
114	2,5-di-Me	H	Et	allyl	H	H
115	3,4-di-Me	H	nPr	Et	H	H
116	3,4-di-Me	H	Et	allyl	H	H
117	3,4-di-Me	H	Et	Et	H	H
118	2,4-di-Me	H	nPr	Et	H	H
119	2,4-di-Me	H	Et	Et	H	H
120	2,4-di-Me	H	Et	allyl	H	H
121	2,4-di-Me	H	nPr	allyl	H	H
122	3-NO ₂ , 4-Me	H	Et	Et	H	H
123	2-MeO	H	nPr	allyl	H	H
124	3-CF ₃	H	nPr	Et	H	H
125	3-CF ₃	H	nPr	allyl	H	H
126	3-CF ₃	H	Et	Et	H	H
127	3-CF ₃	H	Et	allyl	H	H



Příklad č.	X _n	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
130	2-Cl	H	nPr		H	H
131	2-MeO	H	Et		H	H
132	3-CF ₃	H	nPr		H	H
133	2-Cl	H	Et		H	H
134	2-MeO	H	Et		H	H
135	3-MeCO, 4-OH	H	nPr	allyl	H	H
136	3-SO ₂ NMe ₂ , 4-Me	H	Et	Et	H	H
137	3-SO ₂ NMe ₂ , 4-Me	H	Et	allyl	H	H
138	4-F	H	Et	allyl	H	H
139	4-F	H	Et	Et	H	H
140	4-F	H	nPr	allyl	H	H
141	4-F	H	nPr	Et	H	H
142	4-F	H	Et	CH ₂ CH=CHCl cis/trans	H	H
143	3-CF ₃	H	nPr	CH ₂ CH=CHCl cis/trans	H	H
144	4-Me	H	Et	CH ₂ CH=CHCl cis/trans	H	H

Příklad č.	X _n	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
145	4-F		Et	Et	H	H
146	3,4-methylen- -dioxy	H	nPr	Et	H	H
147	3,4-di-MeO	H	Et	-CH ₂ 	H	H
148	3,4-di-MeO	H	Et	Et	H	H
149	3,4-di-MeO	H	Et	allyl	H	H
150	3,4-di-MeO	H	nPr	Et	H	H
151	3,4-di-MeO	H	nPr	allyl	H	H
152	3-CF ₃	H	nPr	-CH ₂ CO ₂ Et	H	H
153	4-F	H	Et	CH ₂ CH=CHCl trans	H	H
154	2-MeO	H	Et	CH ₂ CH=CHCl trans	H	H
155	4-F	H	Et	-CHCH=CH ₂ Me	H	H
156	4-F		Et	allyl	H	H
157	3-MeO	H	Et	allyl	H	H
158	3-MeO	H	Et	Et	H	H
159	3-MeO	H	Me	Et	H	H
160	3,4-methylen- -dioxy	H	Et	Et	H	H
161	3,4-methylen- -dioxy	H	nPr	allyl	H	H
162	3,4-methylen- -dioxy	H	Et	allyl	H	H

Příklad č.	X _n	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
163	3,4-methylen- -dioxy	H	Me	CH ₂ CH=CHCl trans	H	H
164	3,4-methylen- -dioxy	H	Me	allyl	H	H
165	4-SO ₂ NMe ₂	H	Et	Et	H	H
166	4-F	H	nPr	-CHCH=CH ₂ Me	H	H
167	2-MeO	Me	Et	allyl	H	H
168	2-MeO	H	nPr	Et	H	H
169	4-F	H	Me	allyl	H	H
170	3-i-PrO	H	Et	allyl	H	H
171	3-i-PrO	H	Et	-CH ₂ -C=CH	H	H
172	4-F	H	Me	-CH ₂ -C=CH	H	H
173	4-F	H	Et	CH ₂ CH-CHCl cis	H	H
174	3-Cl	H	Et	allyl	H	H
175	3-Me	H	Et	allyl	H	H
176	3-H ₂ C=CH-CH ₂ - -O	H	Et	allyl	H	H
177	4-F	H	Et	-CH ₂ CH=CH- -CH ₂ Cl trans	H	H
178	4-F	H	Et	-CH ₂ -C=CH ₂ Me	H	H
179	2-F	H	Et	Et	H	H
180	2-F	H	Et	allyl	H	H
181	3-EtO	H	Et	allyl	H	H
182	3-EtO	H	Et	Et	H	H
183	3-n-PrO	H	Et	allyl	H	H
184	3-n-BuO	H	Et	allyl	H	H
185	3-OH	H	Et	allyl	H	H
186	4-CN	H	Et	allyl	H	H

Příklad č.	X _n	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
187	H	H	Ph	allyl	H	H
188	3-nPrO	H	nPr	allyl	H	H
189	3-nPrO	H	nPr	Et	H	H

Pří- klad č.	C. (%)		H (%)		N (%)		M/e (vypočteno/nalezeno) nebo teplota tání (°C)
	vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	
80	72,8	73,2	7,3	7,3	4,5	4,5	313/313
81	71,7	70,0	7,6	7,4	4,6	4,8	301/301
82	72,8	72,8	7,3	7,3	4,5	4,6	313/313
83	71,7	72,1	7,6	7,6	4,6	4,9	301/301
84	72,3	70,8	7,9	7,9	4,4	4,5	315/315
85	73,3	73,7	7,6	7,6	4,3	4,4	327/327
86	72,3	72,2	7,9	7,9	4,4	4,8	315/315
87	73,3	74,0	7,6	7,7	4,3	4,5	327/327
88	72,8	73,0	7,3	7,6	4,5	4,8	313/313
89	71,8	71,1	7,6	7,5	4,7	5,0	301/301
90	72,2	72,7	7,0	7,1	4,7	5,0	299/299
91	71,1	70,7	7,3	7,4	4,9	4,8	287/287
92	65,6	65,3	6,3	6,6	4,0	3,9	347/347
93	64,4	64,3	6,6	6,7	4,2	4,5	335/335
94	65,6	65,4	6,3	6,4	4,0	4,1	347/347
95	63,4	63,6	6,2	6,3	4,4	3,9	321/321
96	64,7	65,0	6,0	6,2	4,2	4,3	333/333
97	63,4	63,3	6,2	6,2	4,4	3,73	321/321
98	73,4	73,3	7,6	8,0	4,3	4,2	327/327
99	68,8	68,7	7,5	8,1	4,2	4,1	331/331
100	70,0	69,2	7,3	7,1	4,1	4,5	343/343
101	68,9	68,6	7,5	7,0	4,2	4,4	331/331
102	72,4	71,0	7,9	7,8	4,4	4,7	315/315
103	73,4	73,4	7,6	7,6	4,3	4,4	327/327
104	73,0	72,5	8,2	8,2	4,3	4,2	329/329
105	74,0	73,3	7,9	8,1	4,1	4,3	341/341
106	73,3	72,9	6,9	6,9	3,6	3,6	393/393

Pří- klad č.	A n a l ý z a						M/e (vypočteno/nalezeno) nebo teplota tání (°C)
	C (%)		H (%)		N (%)		
	vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	
107	64,7	64,7	6,0	6,0	4,2	4,3	333/333
108	68,1	68,6	7,3	7,4	4,4	5,0	317/317
109	69,3	69,6	7,6	7,3	4,3	4,4	329/329
110	60,8	57,2	6,2	5,9	3,9	4,2	262/265
111	73,0	72,5	8,2	9,1	4,2	4,2	329/329
112	74,0	74,0	7,9	7,9	4,1	4,3	341/341
113	72,4	71,7	7,9	7,9	4,4	4,6	315/315
114	73,4	71,7	7,6	7,6	4,3	4,5	327/327
115	72,9	71,5	8,2	8,0	4,3	4,3	329/329
116	73,4	69,9	7,6	7,5	4,3	4,2	327/327
117	72,4	72,6	7,9	8,2	4,4	4,3	315/315
118	72,9	71,8	8,2	8,1	4,3	4,3	329/329
119	72,4	72,0	7,9	7,9	4,4	4,6	315/315
120	73,4	72,8	7,6	7,6	4,3	4,3	327/327
121	73,9	72,8	7,9	7,9	4,1	3,9	341/341
122	62,4	62,7	6,4	6,6	8,1	8,1	96/99
123	70,0	70,1	7,9	7,6	4,1	4,1	343/343
124	61,8	61,7	6,0	6,1	3,8	3,7	369/369
125	63,0	62,7	5,8	5,8	3,7	3,6	381/381
126	60,8	61,2	5,6	5,5	3,9	3,9	355/355
127	62,1	61,6	5,4	5,2	3,8	3,8	367/367
128	57,8	57,7	4,1	4,1	2,6	2,6	540/540
129	66,7	66,5	5,6	5,6	3,0	3,7	467/467
130	69,4	69,4	6,0	6,2	3,5	4,0	397/397
131	72,8	72,7	6,6	6,9	3,7	3,8	379/379
132	63,8	62,4	6,1	6,0	3,5	3,6	395/395
133	65,6	65,2	6,3	6,3	4,0	3,9	347/347
134	70,0	70,0	7,3	7,5	4,1	4,0	343/343
135	67,9	67,5	6,7	6,8	3,8	4,1	371/371
136	58,8	58,7	6,8	6,8	6,8	7,3	83-85
137	60,0	56,7	6,4	6,4	6,6	6,3	420/420
138	68,1	69,1	6,3	6,6	4,4	4,7	317/317
139	66,9	67,5	6,5	6,8	4,6	4,8	305/305
140	68,8	69,4	6,6	7,0	4,2	4,7	331/331
141	67,7	67,6	6,9	7,2	4,4	4,4	319/319

pří- klad č.	A n a l ý z a						M/e (vypočteno/nalezeno) nebo teplota tání (°C)
	C (%)		H (%)		N (%)		
vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno		
142	61,4	61,3	5,4	5,9	3,9	4,6	351/351
143	57,7	57,3	5,0	5,0	3,4	3,4	415/415
144	65,6	63,5	6,3	6,4	4,0	4,0	347/347
145	62,7	61,6	5,6	6,3	3,0	2,7	459/459
146	66,0	66,0	6,7	6,5	4,1	4,2	72-73
147	67,6	67,9	7,2	7,6	3,8	4,3	373/373
148	65,7	65,5	7,2	7,2	4,0	4,2	347/347
149	66,9	67,9	7,0	6,3	3,9	3,7	359/359
150	66,5	65,9	7,5	7,4	3,9	3,7	361/361
151	67,6	66,9	7,2	7,4	3,8	3,8	373/373
152	59,0	58,9	5,6	5,7	3,3	2,4	427/427
153	61,4	60,4	5,4	5,1	4,0	4,2	351/351
154	62,8	58,8	6,1	5,8	3,8	3,7	363/363
155	68,9	69,0	6,6	7,1	4,2	4,6	331/331
156	66,8	64,7	6,1	5,9	3,9	4,0	359/359
157	69,3	68,6	6,9	6,8	4,3	4,4	329/329
158	68,1	67,2	7,2	7,0	4,4	4,7	317/317
159	67,3	67,2	6,9	7,1	4,6	5,2	303/303
160	65,2	63,2	6,3	6,2	4,3	4,3	331/331
161	67,2	67,6	6,5	6,5	3,9	4,3	357/357
162	66,5	66,5	6,1	6,1	4,1	3,9	343/343
163	59,4	59,4	5,0	5,3	3,9	4,3	363/363
164	65,6	66,4	5,7	6,0	4,3	4,6	329/329
165	57,8	57,1	6,6	6,5	7,1	7,1	84-85
166	69,5	69,3	7,0	7,0	4,0	3,4	345/345
167	70,0	68,6	7,9	7,9	4,1	3,7	343/343
168	68,9	68,3	7,6	7,6	4,2	4,4	331/331
169	67,3	66,2	5,9	6,1	4,6	4,7	303/303
170	70,6	69,3	7,6	7,4	3,9	4,4	357/357
171	71,0	71,0	7,0	7,0	3,9	4,1	355/355
172	67,7	67,5	5,3	5,5	4,6	4,8	301/301
173	61,5	61,4	5,4	5,4	4,0	4,2	351/351
174	64,9	64,9	6,0	6,0	4,2	4,2	333/333
175	72,8	72,9	7,3	7,4	4,5	4,9	313/313

Pří- klad č.	C (%)		A n a l ý z a H (%)		N (%)		M/e (vypočteno/nalezeno) nebo teplota tání (°C)
	vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	vypoč- teno	nale- zeno	
176	71,0	71,0	7,0	7,1	4,0	4,6	355/355
177	62,5	65,4	5,6	5,8	3,8	3,9	365/365
178	68,9	68,8	6,6	6,9	4,2	4,4	331/331
179	66,9	66,6	6,6	6,9	4,6	4,8	38-41
180	68,1	67,8	6,5	6,5	4,4	4,6	317/317
181	70,0	68,4	7,3	7,4	4,1	4,1	343/343
182	68,9	68,1	7,6	7,6	4,2	4,3	331/331
183	70,6	69,7	7,6	7,6	3,9	4,1	357/357
184	71,2	71,1	7,8	8,1	3,8	4,2	371/371
185	68,6	64,3	6,7	6,6	4,4	4,7	315/315
186	70,4	70,4	6,2	6,2	8,6	8,7	67-68
187	76,0	75,0	6,0	5,9	4,0	4,1	53-57
188	71,2	69,2	7,8	7,8	3,8	4,2	371/371
189	70,2	68,4	8,1	7,6	3,9	3,9	359/359

Příklad 190

Postup přípravy 2-[1-(allyloxyimino)-n-butyl]-3-benzoyloxy-
-4-(4-methoxyfenyl)-cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto příkladu provedení se postupovalo tak, že do vodného 1 %-ního rozto-
ku hydroxidu sodného (v množství 14 mililitrů) byl přidán míchaný roztok 2-[1-(allyl-
oxyimino)-n-butyl]-3-hydroxy-4-(4-methoxyfenyl)-cyklohex-2-en-1-onu (v množství 1,2
gramu) v acetonu (o objemu 150 mililitrů). Takto připravená směs byla potom promíchávána
při teplotě místnosti po dobu 5 minut a potom byl k této směsi přidán benzoylchlorid
(v množství 0,5 gramu), přičemž tento přídatek byl proveden po kapkách. Po 30 minutách
byla tato směs odpařena za použití vakua a získaný zbytek byl potom vyčištěn v koloně
naplněné silikagelem, přičemž jako eleučního činidla bylo použito 10 %-ní směsi (obj./
/obj.) diethyletheru a methylenchloridu, přičemž tímto způsobem byla získána požadovaná
sloučenina uvedená v záhlaví tohoto příkladu v množství 1 gram a ve formě bezbarvého ole-
je.

Hmotová spektroskopie: m/e nalezeno 447, vypočteno 447

Teoretická hodnota pro $C_{27}H_{29}NO_5$: C = 72,5, H = 6,5, N = 3,1 %

nalezeno : C = 71,3, H = 6,5, N = 3,0 %.

Příklad 191

Postup přípravy sodné soli 2- [1-(ethoxyimino)-n-butyl] -3-hydroxy-4-(4-methoxyfenyl)cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto příkladu byl 2- [1-(ethoxyimino)-n-butyl] -3-hydroxy-4-(4-methoxyfenyl)cyklohex-2-en-1-on v množství 1,3 gramu přidáván k roztoku hydroxidu sodného v množství 0,16 gramu v ethanolu (v množství 20 mililitrů) při teplotě okolí. Po promíchání, které trvalo 30 minut, byl použitý ethanol odpařen a takto získaný zbytek byl triturován diethyletherem, přičemž byla získána požadovaná sloučenina uvedená v záhlaví tohoto příkladu ve formě bílé pevné látky (v množství 1,1 gramu, což odpovídalo výtěžku 79 %), přičemž teplota tání takto získaného produktu se pohybovala v rozmezí od 190 do 191 °C.

Teoretická hodnota pro $C_{19}H_{24}O_4N$ Na: C = 64,6 %, H = 6,8 %, N = 4,0 %

nalezeno : C = 62,0 %, H = 6,5 %, N = 4,1 %.

Příklad 192 .

Postup přípravy tetra-n-butylamoniové soli 2- [1-(allyloxyimino)-propyl] -3-hydroxy-4-(4-fluorofenyl)cyklohex-2-en-1-onu

Podle tohoto příkladu se postupovalo tak, že byl 2- [1-(allyloxyimino)propyl] -3-hydroxy-4-(4-fluorofenyl)cyklohex-2-en-1-on (v množství 1 gram) v methanolu (v množství 10 mililitrů) přidáván ke 25 %-nímu roztoku tetra-n-butylamoniumhydroxidu (v množství 10 mililitrů). Potom byla tato směs ponechána stát při teplotě okolí po dobu přes noc, použitý methanol byl odpařen za použití vakua. K takto získanému zbytku byl potom přidán methylenchlorid, který byl promyt vodou, potom bylo provedeno sušení síranem hořečnatým, produkt byl zfiltrován a odpařen, čímž se získala požadovaná sloučenina uvedená v záhlaví tohoto příkladu ve formě bezbarvého oleje (v množství 0,8 gramu).

Teoretická hodnota pro $C_{34}H_{54}N_2O_3F$: C = 73,1 %, H = 9,8 %, N = 5,0 %

nalezeno : C = 68,5 %, H = 9,7 %, N = 4,8 %.

Příklad 193

Postup přípravy mědné soli 2- [1-(allyloxyimino)-propyl] -3-hydroxy-4-(4-fluorofenyl)cyklohex-2-en-1-onu.

Podle tohoto provedení byl 2- [1-(allyloxyimino)-propyl] -3-hydroxy-4-(4-fluorofenyl)cyklohex-2-en-1-on v množství 1 gram v diethyleteru (v množství 50 mililitrů) protřepáván s nasyceným roztokem acetátu měďnatého (v množství 100 mililitrů). Eterová vrstva byla oddělena a odpařena. Zbytek ve formě pevné látky byl promyt vodou a malým množstvím eteru, přičemž byla získána požadovaná sloučenina, uvedená v záhlaví tohoto příkladu (v množství 0,8 gramu) ve formě světle zelené pevné látky, přičemž teplota tání tohoto produktu byla v rozmezí od 153 do 154 °C.

Teoretická hodnota pro $C_{36}H_{38}N_2O_6F_2Cu$: C = 62,1 %, H = 5,5 %, N = 4,0 %

nalezeno : C = 61,9 %, H = 5,8 %, N = 4,3 %.

Herbicidní účinnost.

Za účelem zjištění herbicidní účinnosti sloučenin podle uvedeného vynálezu byly tyto sloučeniny testovány na reprezentativním výběru následujících rostlin: kukuřice, *Zea Mays* (Mz); rýže, *Oryza sativa* (R); ježatka kuří noha, *Echinochloa crusgalli* (BG); oves, *Avena sativa* (O); lněné semeno, *Linum usitatissimum* (L); hořčice, *Sinapsis alba* (M); cukrová řepa, *Beta vulgaris* (SB); a soja, *Glycine max* (S).

Uvedené testy byly prováděny ve dvou kategoriích, preemergentní testy a post-emergentní testy. Při provádění preemergentních testů byl prováděn postřik za pomoci kapalného prostředku obsahujícího účinnou sloučeninu podle uvedeného vynálezu, který byl aplikován na půdu, do které byla zaseta semena výše uvedených druhů rostlin. Při postemergentních testech byly prováděny dva typy testů, a to zvlhčování půdy a postřik listoví. Při provádění testů se zvlhčováním půdy byla půda, ve které byly pěstovány sazenice rostlin výše uvedených druhů, zvlhčována kapalnými prostředky, obsahujícími účinnou sloučeninu podle uvedeného vynálezu, a při provádění testů s postřikem na listoví byly sazenice výše uvedených druhů rostlin postřikovány těmito uvedenými prostředky.

Půdou použitou při provádění těchto testů byla zpracovaná zahradnická hlína.

Prostředky použité při provádění těchto testů byly připraveny z roztoků testovaných sloučenin v acetonu, který obsahoval 0,4 % hmotnostního kondenzátu alkyfenolu a ethylenoxidu, přičemž tato látka je běžně obchodně dostupná pod označením Triton X-155. Tyto acetonové roztoky byly zředěny vodou a takto získané prostředky byly aplikovány v dávkách odpovídajících 5 kilogramům nebo 1 kilogramu účinné látky na hektar, v objemu, který odpovídal 900 litrům na hektar při provádění postřiku půdy a při provádění postřiku listoví, přičemž při testech, při kterých bylo prováděno zvlhčování půdy, byla použita dávka odpovídající 10 kilogramům účinné látky na hektar a objem prostředku odpovídal přibližně 3 000 litrům na hektar.

Při provádění preemergentních testů bylo pro kontrolu použito půdy, ve které byla zasazena semena uvedených druhů rostlin, a při provádění postemergentních testů byla pro kontrolu použita neošetřená půda, ve které byly zasazeny sazenice výše uvedených druhů rostlin.

Herbicidní účinek testovaných sloučenin byl odhadnut vizuálním způsobem dvanáctý den po provedení postřiku listoví a půdy a třináctý den po provedení zvlhčení půdy, přičemž tyto výsledky byly zaznamenány ve stupnici od 0 do 9. Hodnota 0 označovala růst neošetřeného kontrolního vzorku, zatímco hodnota 9 znamená uhynutí vzorku. Vzestup o jednu jednotku v této lineární řadě znamená 10 %-ní zvětšení míry účinku.

Získané výsledky z těchto testů jsou uvedeny v následující tabulce č. IV, ve které jsou testované sloučeniny označeny odkazem na příslušné příklady, které byly uvedeny ve shora uvedeném textu. Symbol + znamená, že testování dané sloučeniny nebylo účinné, například z toho důvodu, že při všech prováděných testech bylo použito nedostatečného množství uvedené testované sloučeniny. Neuvedené hodnoty (to znamená prázdná místa) v této tabulce č. IV, která následuje, znamenají hodnotu 0.

TABULKA IV

Slouče- nina po- dle pří- kladu č.	Zvlhčení půdy, dávka 10 kg/ha								Dávka		Postřik listoví							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	kg/ha	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	
84		5	7	7	7	1			5	5	7	8	5					
									1	3	6	7	4					
85	6	7	7	7	1				5	7	7	8	7					
									1	2	4	7	6					
86	2	7	8	5					5	2	6	9	7					
									1	2	5	9	6					
87	6	5	8	6					5	7	7	9	7					
									1	2	2	8	6					
88	6	8	9	7		4	1		5	8	9	9	8					
									1	6	7	8	8					
89	5	7	9	7		2	3		5	4	8	9	4		5		7	
									1	2	4	8					1	
90	7	4	8	7		3	4		5	7	6	9	9		4	4		
									1	4	4	9	8		1			
91	7	4	8	6		2	2		5	6	3	9	6					
									1	2	2	8	2					
92	5	6	7	7					5	7	5	8	8	2	3	3	1	
									1	3	2	7	7					
98	1	2	5	2	1	3	2		5	7	5	8	6		4	4	3	
									1	3	1	7	1		1	1		
83	4	7	8	6					5	5	6	8	7					
									1	2	4	7	2					
82	5	7	9	7					5	7	7	8	8					
									1	3	3	7	8					
81	4	7	7	8					5	8	8	8	8					
									1	5	5	7						
80	6	8	9	8					5	8	8	9	8					
									1	5	5	8	8					
93	2	7	8	3	2				5	1	4	8			5		3	
									1		1	7			2			

Sloučenina podle příkladu č.	Dávka kg/ha	Preemergentní působení							
		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
84	5	4	7	8	8			2	
	1	1		5	4				
85	5	4	6	8	8		4	2	
	1	1	1	4	5				
86	5	2	6	9	7			2	
	1		2	8	4				
87	5	4	6	9	7		4	3	
	1	2	1	7	6		3		
88	5	8	9	9	8		4	4	
	1	3	8	8	7				
89	5	6	9	9	7				
	1	2	7	8	5				
90	5	6	9	9	8		3	1	
	1	2	4	9	6		1	1	
91	5	6	8	9	6		2		
	1		5	8	4				
92	5	6	8	8	7				
	1	2	6	4	6				
98	5		2	4	3				
	1								
83	5	5	8	9	6				
	1		4	8	4				
82	5	4	8	9	6				
	1	1	3	7	5				
81	5	5	9	9	6		2		
	1		4	5	4		1		
80	5	6	9	9	7				
	1	3	7	8	6				
93	5	3	7	9	7			3	
	1		3	5	3			2	

Slouče- nina po- dle pří- kladu č.	Zvlhčení půdy, dávka 10 kg/ha								Dávka		Postřik listoví							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	kg/ha	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	
94	5	7	8	6	2				5	5	5	8	6					
									1	3	1	8	4					
95	6	8	9	7	4	5	5	3	5	4	6	8	4		5	4	1	
									1	1	5	8	2		2			
96	5	8	9	9		3	4	3	5	7	8	9	8		6	3		
									1	4	7	8	8		2			
97	2	4	8	2		6	5		5	2	3	7	2		5			
									1		1	7			1			
190	6	8	9	9					5	2	3	8	7		4	2		
									1	2		6	3		3			
79	6	8	9	9					5	7	8	9	9					
									1	5	5	8	8					
99	6	8	9	9					5	5	7	8	8					
									1	3	6	8	8					
191	4	7	8	8					5	2	7	8	5		2	2		
									1	1	4	7	2					
100	7	8	8					5	5	6	9	7			2		7	
									1	1	2	8	3					
101	6	7	9	7		3	4		5	4	4	9				2		
									1	2	2	8						
135	2	5	6	3					5	4	4	7	7	1			2	
									1	2		5						
111		1	4					3	5			7			3			
									1			3						
113		2	4		3		2	2	5			8			2		2	
									1			4						
114		1	2						5			6			1			
									1			2						
122	5	6	7	5	3	4		3	5	4	7	7	7		4	2		
									1	3	5	6						

Sloučenina podle příkladu č.	Dávka kg/ha	Preemergentní působení							
		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
94	5	5	8	8	8				
	1	2	5	4	5				
95	5	7	9	9	8			3	
	1	2	7	7	7				
96	5	7	9	9	8			3	
	1		7	6	7				
97	5	3	7	9	7			4	
	1		2	5	4				
190	5	2	8	8	6				
	1		5	3	3				
79	5	7	9	9	8				
	1	2	7	7	7				
99	5	6	9	9	7			2	
	1	2	7	7	6				
191	5	5	9	9	7				
	1		4	4	5				
100	5	7	9	7					
	1		3	4	4				
101	5	7	7	9	6		1	2	
	1	0	1	7	3				
135	5	3	3	8	7				
	1		2	4	2				
111	5								
	1								
113	5			4					
	1								
114	5			3					
	1								
122	5								
	1								

Slouče- nina po- dle pří- kladu č.	Zvlhčení půdy, dávka 10 kg/ha								Dávka		Postřik listoví							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	kg/ha	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	
167	4	3	7	4					5	2	1	5	4	3	3		1	
									1	1		3						
168	4	5	7	2					5	4	4	8	3	2	2			
									1	3	3	7	1					
123	6	6	9	6					5	7	7	9	7		1		1	
									1	6	6	7	7					
124									5	2	2	5	1	4	3		3	
									1	1		5		2				
125	2	1	5	3	5	2			5	5	4	6	3	4	4	3	4	
									1	3	2	4	1					
126	2	2	6	2	6	6			5	3	3	6	2	6	3			
									1	1	1	5	1	3				
127	3	3	6	3	6	2			5	4	5	8	6	6	5	3	3	
									1	2	3	6	1	1		1		
129	4	4	9	7	2	2			5	4	2	7	2					
									1	2		3						
131			2						5	4	3	6			3	2		
									1	2		6						
132									5	3	1	2	1	4	4		1	
									1	2				2	1			
133									5	3		4	1	1	5	2		
									1	1					4			
134			4						5	3		4						
									1	1		2						
147	2	4	7	4			2		5	3	3	7	1					
									1	2	1	5	1					
148	6	8	9	8	3	3	3		5	6	7	9	7		4	3	2	
									1	4	6	8	7					
149	5	7	9	8	2	2	2	1	5	5	7	9	8			2		
									1	4	6	7	7					

Sloučenina podle příkladu č.	Dávka kg/ha	Preemergentní působení							
		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
167	5			7	4				
	1								
168	5	2	+	+	5				
	1			5					
123	5	5	+	9	7				
	1		+	8	5				
124	5		3	5	4	4	3		
	1				1		1		
125	5	2	3	7	7	2	2		
	1			1	5		1		
126	5	2	+	7	6	4	3	2	
	1			2			1	1	
127	5	3	+	8	7	4	2		
	1			4	2				
129	5			7	2				
	1								
131	5			6					
	1								
132	5								
	1								
133	5			5					
	1								
134	5			7					
	1								
147	5	3	3	8	3				
	1			3					
148	5	3	8	9	7				
	1		+	9	5				
149	5		9	9	8				
	1		+	9	6				

Slouče- nina po- dle pří- kladu č.	Zvlhčení půdy, dávka 10 kg/ha								Dávka		Postřik listoví							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	kg/ha	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	
150	4	7	7	7	2	3		2	5	6	6	7	7					
									1	5	5	6	7					
151	5	7	7	7	2	1			5	7	7	9	8					
									1	3	6	7	7					
115		7	4	3					5	4	6	7	4					
									1	3	1	6	1					
116	4	6	7	3					5	7	7	8	5	1	2			
									1	4	1	7	2					
117	4	7	7	5	2		3		5	6	7	9	5	1	2			
									1	3	2	7						
118	3	6	8	7					5	2	7	9	8		3		2	
									1		6	8	4					
119	4	8	8	7					5	7	8	9	7				1	
									1									
120	4	7	8	5					5	7	8	9	7		1	3	2	
									1	3	5	8	4			1		
121	3	4	6	6					5	6	7	8	6			2	1	
									1	4	2	7	3					
137	9	7	8	8					5	8	7	8	7					
									1	3	4	6	3					
136	8	8	8	9	2	7	3		5	5	7	9	8		5			
									1	3	6	7	4		2			
138	8	9	9	9		4	2		5	7	8	9	9		6	6	3	
									1	4	8	9	7			2		
139	7	9	9	8		3	2		5	5	8	8	5	2	5	4	2	
									1	3	7	8	2			1		
140	6	9	9	8			2		5	8	8	9	9		6	3	2	
									1	7	7	9	7					
141	3	7	8	7		2	2	1	5	4	7	9	4	3	6	3	2	
									1	2	7	8	1					

Sloučenina podle příkladu č.	Dávka kg/ha	Preemergentní působení							
		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
150	5	5	8	9	6				
	1	4	2	5					
151	5								
	1								
115	5		+	6	7				
	1								
116	5	2	8	8	5		2		
	1			3			1		
117	5	5	8	9	6		4		
	1	2	+	5			2		
118	5	4	6	9	8				
	1	1	3	7	3				
120	5	5	7	9	8		2	2	
	1	1	4	8	5				
121	5	3	6	9	8				
	1	1	2	6	5				
137	5	2	3	9	8				
	1			7	5				
136	5	7	8	9	9		3		
	1	2		7	7				
138	5	7	9	9	8		2	5	4
	1	4	8	9	6			2	2
139	5	7	9	9	6		2	3	3
	1	5	8	9	5			1	
140	5	7	9	9	8		2	3	1
	1	4	7	8	5			1	
141	5	6	9	9	6		1	2	5
	1	2	7	8	5			1	

Slouče- nina po- dle pří- kladu č.	Zvlhčení půdy, dávka 10 kg/ha								Dávka kg/ha	Postřik listoví							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
142	7	7	8	3					5	6	6	8	1		3	1	3
									1	4	4	8					
144	5	7	6	2					5	6	6	8					
									1	3	5	7					
145		5	6						5	2	4	7					1
									1		2	5					
146	8	8	8	8					5	9	9	9	8	3	8	6	
									1	7	8	9	8		2	2	
157	2	8	9	8				2	5	6	8	9	9		2	3	
									1	4	7	9	7			1	
158		8	8	7					5	4	8	9	6		3	2	
									1	1	7	9					
159		8	8						5	4	7	9					
									1	1	4	8					
160	7	8	9	8	3	4	5	2	5	7	8	9	9	3	6	5	2
									1	6	7	9	8		4	3	
161	7	8	9	8		3			5	8	8	9	8	2	5	5	
									1	6	4	9	7	1	1		
162	6	8	9	8		2	4		5	9	8	9	8	3	5	5	
									1	5	7	9	7		1	1	
153	5	7	7	7					5	6	7	8	6		2		2
									1	5	6	8	4				
154	6	6	8						5	4	3	8	3		3	4	
									1	2		8	1			1	
155		3	3	2					5	2		7	2	2		3	
									1	1		6	2			2	
166	2	2	8					2	5	4	2	8	2	2	2	4	5
									1	1	1	8	1				
163	7	8	7	3		2			5	8	8	9	7	4	4	5	
									1	7	7	8	5	2	3	2	

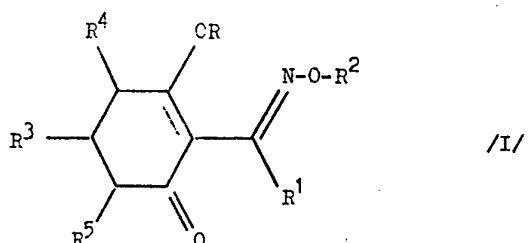
Sloučenina podle příkladu č.	Dávka kg/ha	Preemergentní působení							
		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
142	5	4	8	8	3				
	1	1	5	5					
144	5	6	8	7	6				
	1		3		1				
145	5		4	6					
	1								
146	5	7	8	9	8		2	4	3
	1	6	6	8	6				
157	5	6	7	9	7				
	1		4	8	4				
158	5	4	8	9	7				
	1		3	7	2				
159	5	4	8	8					
	1		3	7					
160	5	7	9	9	8		3		
	1	3	6	8	6				
161	5	6	9	9	8				
	1	3	7	7	6				
162	5	7	9	9	8				
	1	4	8	8	6				
153	5	6	9	9	7				
	1	1	8	8	4				
154	5	4	7	8	5				
	1	1	5	3	1				
155	5		7	8	5		3		
	1		2						
166	5	2	4	5	5				
	1		1	1					
163	5	2	6	8	2				
	1	1	5	5					

Slouče- nina po- dle pří- kladu č.	Zvlhčení půdy, dávka 10 kg/ha								Dávka		Postřik listoví							
	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	kg/ha	Mz	R	BG	O	L	M	SB	S	
164	7	8	8	6	3	2			5	8	8	9	8	4	4	3		
									1	5	5	8	7			1		
165	7	8	8	9				3	5	7	8	9	8	3	4	4	3	
									1	4	6	7	7		1			
192	6	8	9	8	4				5	7	7	9	8			1	2	
									1	5	6	9	7				1	
193	6	8	8	8	2				5	6	8	9	8					
									1	6	6	9	7					
156	6	8	8	7					5	6	7	9	8		1	3	2	
									1	6	6	9	6					
169	4	7	9	5					5	7	8	9	8	2	4	3	2	
									1	4	7	9	7	1			1	
170	7	6	8	4					5	7	7	9	8			2		
									1	5	6	9	8					
173	7	6	8		5	2			5	5	5	9	4	2	4	2	2	
									1	4	2	8						
174	4	2	8	2					5	5	6	9	7		5	4		
									1	2		7	6			1		
178	3	4	8	2					5	3	4	8	3	2	4	4	2	
									1	1	2	8	2					
179	2	3	8		2				5	3	2	9	3		4	3	3	
									1	1		8						
180	5	5	9	6					5	7	8	9	9	1	4	4	2	
									1	6	3	9	7					
171	7	7	8	7					5	7	7	9	8					
									1	3	2	9	7					
172	5	7	8	7	2	5	4		5	8	8	9	8	1	5	4	3	
									1	5	6	8	7		1	1		
176	7	8	8	7					5	7	7	9	8		3	4		
									1	4	4	9	7			2		

Sloučenina podle příkladu č.	Dávka kg/ha	Preemergentní působení							
		Mz	R	BG	O	L	M	SB	S
164	5	5	6	9	3				
	1		5	4					
165	5	6	9	9	9				
	1		5	5	6				
192	5	7	9	9	7				
	1	2	8	8	5				
193	5	6	8	9	7				
	1	3	8	8	7				
156	5	3	8	9	7				
	1	1	8	8	6				
169	5	7	9	9	8				
	1		7	8	7				
170	5	6	8	9	7				
	1		6	8	7				
173	5	8	9	9	7	4	4	2	
	1		7	8	2		2		
174	5	4	8	8	7				
	1	1	3	6	4				
178	5	2	8	8	4				
	1		4	5	2				
179	5	7	7	9	7				
	1	2	5	8	2				
180	5	7	8	9	8				
	1	3	6	8	6				
171	5	4	8	9	7				
	1		5	7	5				
172	5	7	9	9	8		4	2	
	1	2	7	8	3				
176	5	8	8	9	7				
	1		6	8	4				

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že obsahuje inertní nosičovou látku a jako účinnou látku obsahuje oximinoetherovou sloučeninu obecného vzorce I



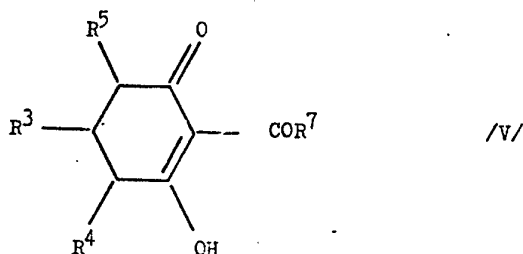
ve kterém znamená R atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, alkanoylovou skupinu obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, fenylsulfonylovou skupinu nebo benzoylelovou skupinu substituovanou alkylovou skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, které jsou případně substituovány jedním až třemi atomy halogenu, nebo anorganický nebo organický kationt,

- R^1 představuje alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,
- R^2 znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, která je případně substituována alkoxykarbonylovou skupinou obsahující 2 až 6 atomů uhlíku nebo cykloalkylovou skupinou obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, benzylovou skupinu, alkenylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku, která je případně substituována jedním až třemi atomy halogenu, nebo alkinylovou skupinu obsahující 3 až 6 atomů uhlíku,
- R^3 a R^4 každý představuje atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, a
- R^5 představuje fenylovou skupinu, která je případně substituována jedním až třemi atomy halogenu, alkylovou skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, která je případně substituována jedním až třemi atomy halogenu, alkoxy skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, nebo alkylkarbonylovou skupinou obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, alkylendioxy skupinou obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxy skupinou obsahující 2 až 6 atomů uhlíku, sulfonamidovou skupinou substituovanou jednou nebo dvěma alkylovými skupinami obsahujícími 1 až 4 atomy uhlíku, nebo hydroxyskupinou, kyanoskupinou nebo nitroskupinou.

2. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I, kde

- R znamená atom vodíku,
- R^1 představuje methylovou skupinu, ethylovou skupinu, n-propylovou skupinu nebo fenylovou skupinu,
- R^2 představuje alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo allylovou skupinu případně substituovanou halogenem,
- R^3 a R^4 každý představuje atom vodíku nebo methylovou skupinu, a
- R^5 má stejný význam jako v bodě 1.

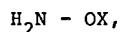
3. Způsob přípravy účinné sloučeniny obecného vzorce I prostředku podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce V



ve kterém mají substituenty R^3 , R^4 a R^5 význam jako v bodech 1 a 2, a

R^7 znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,

s derivátem hydroxylaminu obecného vzorce



ve kterém

X znamená atom vodíku nebo skupinu R^2 , která byla již definována výše, a v případě, že X znamená vodík, se získaný meziprodukt nechá dále reagovat se sloučeninou obecného vzorce



ve kterém

L znamená odštěpitelnou skupinu, jako je halogenid, sulfát nebo nitrát a

R^2 má stejný význam jako bylo uvedeno shora,

načež se získaný produkt obecného vzorce I, v němž R znamená vodík, nechá reagovat v případě potřeby se sloučeninou obecného vzorce



ve kterém

R má již shora uvedený význam s výjimkou vodíku, a

L má stejný význam jako shora, a získaný produkt se popřípadě převede na sůl reakcí s bazickou sloučeninou.