

# POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

250679  
(11) (B2)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 12 02 85

(21) (PV 990-85)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 13 02 84  
(579 749) Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 18 09 86

(45) Vydáno 15 07 88

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
A 01 N 57/24

(72)

Autor vynálezu

ANDERSON RICHARD J., PALO ALTO, LEE SHY-FUH, SUNNYVALE  
(Sp. st. a.)

(73)

Majitel patentu

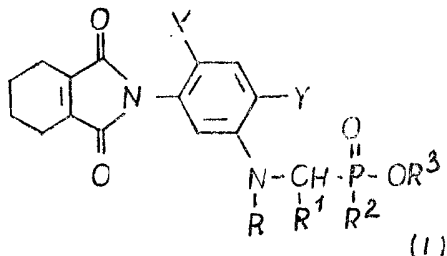
SANDOZ AKTIENGESELLSCHAFT, BASILEJ (Švýcarsko)

## (54) Herbicidní prostředek a způsob výroby jeho účinné složky

1

Vynález se týká herbicidního prostředku, který obsahuje jako účinnou látku nové 5-(substituované amino)anilinoalkylfosfináty a fosfonáty, způsobu přípravy této účinné látky a meziproductů pro přípravu této nové účinné látky.

Nové účinné látky podle vynálezu mají obecný vzorec I



kde znamená

X a Y na sobě nezávisle atom vodíku nebo atom halogenu,

R a R<sup>1</sup> na sobě nezávisle atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

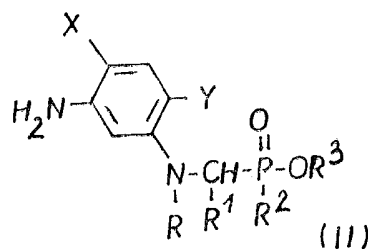
R<sup>2</sup> alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

250679

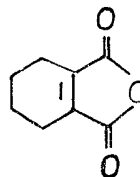
2

R<sup>3</sup> alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku.

Účinná látka obecného vzorce I se podle vynálezu vyrábí tak, že se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce II



kde X, Y, R, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> a R<sup>3</sup> mají shora uvedený význam, se sloučeninou vzorce



Reakce se provádí zpravidla při teplotě nad teplotou místnosti, například při teplotě 100 °C nebo při teplotě zpětného toku. Provádí se zpravidla v přítomnosti kyseliny, jako například kyseliny octové; kyselina octová může při reakci současně působit jako rozpouštědlo.

Sloučeniny obecného vzorce I se mohou získat z reakční směsi, ve které se vytvořily, známými způsoby. Sloučeniny obecného vzorce I mají jeden nebo několik asymetrických atomů uhlíku. Vynález se týká všech opticky aktivních isomerů a jejich racemických směsí. Podle následujících příkladů praktického provedení se sloučeniny připravují ve formě racemické směsi, pokud není jinak uvedeno.

Výchozí látky a používané reakční složky při shora uvedeném způsobu přípravy účinné látky obecného vzorce I jsou buď o sobě známy, a pokud nejsou známy, mohou se připravovat obdobně, jako je zde uvedeno nebo o sobě známými způsoby.

Nové účinné látky obecného vzorce I jsou užitečné pro ničení plevelných rostlin při ošetřování před vzejitím a/nebo po vzejití. Účinných látek obecného vzorce I se používá o sobě známými způsoby nanášením na plevelné rostliny nebo na místo, kde rostou v herbicidně účinném množství, zpravidla v množství 100 g až 10 kg/ha.

Optimální použití účinných látek obecného vzorce I podle vynálezu snadno určí pracovník v oboru za použití rutinních zkoušek, jako zkoušek ve skleníku nebo na malém zkušebním pozemku. Obecně se však dosahuje dostatečných výsledků při použití účinné látky obecného vzorce I v množství 0,1 až 5 kg/ha.

Jakkoliv jsou prostředky podle vynálezu herbicidně účinné na trávové plevele, je herbicidní účinnost výraznější proti širokolistým plevelným rostlinám. Jakožto širokolisté plevelné rostliny, proti kterým jsou herbicidní prostředky podle vynálezu účinné, se uvádějí avšak bez jakéhokoliv omezení například hořčice (*Brassica* spp.), laskavec (*Amaranthus* spp.), abutilon (*Abutilon theophrasti*), durman (*Datura stramonium*), řepaň (*Xanthium* spp.), cassia (*Cassia obtusifolia*) a povijnice (*Ipomoea purpurea*).

Výrazem „herbicidně účinná látka“ se zde vždy míní sloučenina, která modifikuje růst rostlin pro svoji fyto-toxickou nebo reguluje růst rostlin, takž růst rostlin zpomaluje nebo poškozuje rostliny dostatečně k jejich zničení.

Výhodné sloučeniny obecného vzorce I mají alespoň jeden z následujících znaků:

X znamená atom vodíku, atom chloru nebo atom fluoru,

Y znamená atom chloru,

R<sup>1</sup> znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

R znamená atom vodíku,

R<sup>2</sup> znamená methoxyskupinu, ethoxysku-

pinu, methylovou skupinu, ethylovou skupinu, n-propylovou skupinu nebo isopropylovou skupinu,

R<sup>3</sup> znamená methylovou nebo ethylovou skupinu.

Účinných látek obecného vzorce I se obecně používá jakožto herbicidních prostředků spolu se zemědělsky vhodnými ředidly. Herbicidní prostředky podle vynálezu obsahují hmotnostně 0,01 až 90 % účinné látky 0 až 20 % zemědělsky vhodného povrchově aktivního činidla a 99,99 až 10 % alespoň jednoho pevného nebo kapalného ředidla, přičemž účinnou látkou je buď alespoň jedna sloučenina obecného vzorce I, nebo její směs s jinými účinnými látkami. Koncentrátové formy účinných látek obecného vzorce I obsahují obecně hmotnostně 2 až 90 %, s výhodou 5 až 70 % účinné látky. Aplikační formy prostředku podle vynálezu mohou obsahovat hmotnostně například 0,01 až 20 %, s výhodou 0,01 až 5 % účinné látky.

Následující příklady vynález objasňují, nijak jej však neomezují. Teploty se uvádějí ve °C a díly a procenta jsou míněny vždy hmotnostně.

#### Příklad A

##### Emulgovatelný koncentrát

Smísí se 13 dílů sloučeniny obecného vzorce I, například sloučeniny 37 dále uvedené, s 10 díly emulgátoru (například s 5 díly Atloxu 3404 F a 5 díly Atloxu 8916 TF, což je směs aniontových a neaniontových emulgátorů společnosti ICI America) a 77 dílů organického rozpouštědla (například xylen nebo Tenneco 500-100, což je směs trimethylbenzenu a xyleny a je to rozpouštědlo společnosti Tenneco Corporation); důkladným promísením vznikne homogenní roztok.

#### Příklad B

##### Smáčitelný prášek

Smísí se 25 dílů sloučeniny obecného vzorce I, například sloučeniny 34 dále uvedené, 70 dílů kaolinové hlínky, 4 díly natriumligninsulfonátu a 1 díl natriumdialkyl-naftalensulfonátu (například Sellogen HR společnosti Diamond Shamrock) a mele se v kladivovém mlýně až do získání průměru částic 325  $\mu$ m.

#### Příklad C

##### Granulovaný prostředek

Rozpustí se 2 díly dipropylenglykolu v 10 dílech kapalné sloučeniny obecného vzorce I, například sloučeniny 38 dále uvedené, a směsí se postřikem impregnuje 88 dílů

kalcinované granulované attapulgové hlínky, například granulárního Attapulgusu LVM společnosti Engelhard Minerals and Chemicals.

## Příklad 1

N-[3-(Diethylfosfino-1-ethylamino)-4-chlorfenyl]tetrahydroftalimid

Diethyl-1-(2-chlor-5-aminoanilino)-ethylfosfinát (1,20 g, 3,9 mmolu) se rozpustí v ledové kyselině octové (5,0 ml). Do roztoku se přidá 3,4,5,6-tetrahydroftalanhydrid (774 mg, 5,1 mmolu) a směs se udržuje na teplotě zpětného toku pod zpětným chladičem po dobu 15 hodin. Ve vakuu se odstraní kyselina octová a nadbytek anhydridu a surový produkt se přečistí preparativní kapalinovou chromatografií v tenké vrstvě, čímž se získá N-[3-(diethylfosfino-1-ethylamino)-4-chlorfenyl]tetrahydroftalimid (sloučenina 1, tabulka A).

NMR (CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  8,74 [t, 6H, P-OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>], 8,40 [d, 3H, 7 Hz, NHCH(CH<sub>3</sub>)], 8,24 [m, 4H, CH<sub>2</sub>C=CCH<sub>2</sub>], 7,64 [m, 4H, CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>], 5,87 [m, 6H, NHCH(CH<sub>3</sub>)], [3,40 (dd, 1H), 3,32 (s, 1H), 2,75 (d, 1H, 8 Hz) aromatický H].

## Příklad 2

Podobným způsobem jako podle příkladu

| Sloučenina | X  | Y  | R | R <sup>1</sup>                | R <sup>2</sup>  | OR <sup>3</sup>                |
|------------|----|----|---|-------------------------------|-----------------|--------------------------------|
| 50         | Cl | Cl | H | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> | CH <sub>3</sub> | OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |
| 51         | F  | Cl | H | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> | CH <sub>3</sub> | OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |
| 52         | F  | Cl | H | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> | CH <sub>3</sub> | OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |

## Příklad 5

2-t-Butyl-4-[5-methyl-P-ethylfosfinomethylamino)-4-chlor-2-fluorfenyl]- $\Delta^2$ -1,3,4-oxadiazolin-5-on

V dioxanu (50 ml) se zahřívá po dobu 3,5 hodiny methyl-P-ethyl-[2-chlor-4-fluor-5-(N'-pivaloylhydrazino)anilin]methylfosfinát (3,2 mmolu), trichlormethylchlorformát (3,9 mmolu) a triethylamin (3,5 mmolu). Dioxan se pak odstraní ve vakuu. Produkt se zředí methylenchloridem, promyje se, vysuší se, odpaří se k suchu a čistí se preparativní kapalinovou chromatografií v tenké vrstvě, čímž se získá 2-t-butyl-4-[5-methyl-P-ethylfosfinomethylamino)-4-chlor-2-fluorfenyl]- $\Delta^2$ -1,3,4-oxadiazolin-5-on (sloučenina 53).

1 se připraví sloučeniny 2 až 48 obecného vzorce I reakcí anhydridu 3,4,5,6-tetrahydroftalové kyseliny s odpovídající aminoanilinovou sloučeninou obecného vzorce II (tabulka A).

## Příklad 3

3-[5-(ethyl-P-methylfosfino-1-propylamino)-4-chlor-2-fluorfenyl]-1,5-tetramethylenhydrantoin

Rozpustí se 3,2 mmoly 5-ethyl-P-methyl-1-[2-chlor-4-fluor-5-(2-ethoxykarbonyl-1-hexahydropyridinylkarboxamid)-anilin]propylfosfinátu v ethanolu (15 ml). Do reakční směsi se přidá 2N kyselina chlorovodíková (20 ml) a roztok se zahřívá pod zpětným chladičem po dobu pěti hodin a pak se udržuje přes noc na teplotě 90 stupňů Celsia. Ethanol se odstraní ve vakuu a zbytek se zředí vodou a extrahuje se methylenchloridem (třikrát). Spojené extrakty se vysuší a odpaří se k suchu. Surový produkt se čistí preparativní chromatografií v tenké vrstvě, čímž se získá připravená sloučenina (sloučenina číslo 49).

## Příklad 4

Podobným způsobem jako podle příkladu 3 se získají následující sloučeniny obecného vzorce I.

## Příklad 6

2-t-Butyl-4-[5-(methyl-P-ethylfosfino-1-ethylamino)-4-chlorfenyl]- $\Delta^2$ -1,3,4-oxadiazolin-5-on

Způsobem popsaným v příkladu 5 se směs methyl-P-ethyl-1-[2-chlor-5-(N'-pivaloylhydrazino)anilino]ethylfosfinátu (0,62 g, 1,6 mmolu) a trichlormethylchlorformátu (0,39 g, 2,0 mmolu) v dioxanu (8 ml) udržuje na teplotě 60 °C po dobu přibližně 8 hodin, čímž se po odstranění rozpouštědla a vyčištění získá 2-t-butyl-4-[5-(methyl-P-ethylfosfino-1-ethylamino)-4-chlorfenyl]- $\Delta^2$ -1,3,4-oxadiazolin-5-on; MS m/e 401 (M<sup>+</sup>) (sloučenina číslo 54).

## Příklad 7

3-t-Butyl-1-[5-(methyl-P-methylfosfino-1-propylamino)-2,4-dichlorfenyl]- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-on

Směs methyl-P-methyl-1-(2,4-dichlor-5-hydrazinoanilin)propylfosfinátu (9,6 mmolu) a pivaloylmočoviny (9,6 mmolu) v dekahydronaftalenu (Decalin, 12 ml) se zahřívá pod zpětným chladičem za míchání po dobu přibližně 8 hodin, načež se způsobem podle Gold-Auberta a kol., *Helvetica Chimica Acta* 47(5) : 1188 (1964) získá po vyčištění 3-t-butyl-1-[5-(methyl-P-methylfosfino-1-propylamino)2,4-dichlorfenyl]- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-on (sloučenina číslo 55).

## Příklad 8

1-[5-Methyl-P-ethylfosfinomethylamino]-4-chlor-2-fluorfenyl]- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-on

Způsobem, popsaným v příkladu 7, se nechá reagovat methyl-P-ethyl-(2-chlor-4-fluorhydrazinoanilin)methylfosfinát s formyl-

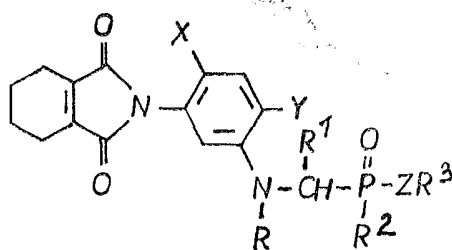
močovinou, čímž se získá 1-[5-methyl-P-ethylfosfinomethylamino]-4-chlor-2-fluorfenyl]- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-on (sloučenina 56).

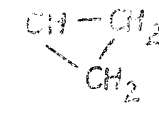
## Příklad 9

4-Methyl-1-[5-(methyl-P-ethylfosfinomethylamino)-4-chlor-2-fluorfenyl]- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-on

Do 1-[5-methyl-P-ethylfosfinomethylamino]-4-chlor-2-fluorfenyl]- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-onu (sloučenina číslo 56) se přidá methylchlorid (3,0 mmolu), natriumhydrid (2,5 mmolu) a dimethylformamid (15 ml). Směs se udržuje na teplotě 80 °C po dobu dvou hodin. Po ochlazení na teplotu místnosti se reakční směs vlije do vody a extrahuje se methylenchloridem. Spojené extrakty se promyjí vodou, vysuší se, odpaří se k suchu a čistí se preparativní kapalinovou chromatografií v tenké vrstvě, čímž se získá 4-methyl-1-[5-(methyl-P-ethylfosfinomethylamino)-4-chlor-2-fluorfenyl]- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-on (sloučenina číslo 57).

Tabulka A



| Slouče-<br>nina | X  | Y  | R | R <sup>1</sup>                                  | R <sup>2</sup>                                      | Z  | R <sup>3</sup>  | MS m/e<br>(M <sup>+</sup> + 1) |
|-----------------|----|----|---|---|---|----|---|--------------------------------|
| 1               | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                    | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 441                            |
| 2               | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 411                            |
| 3               | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 397                            |
| 4               | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 425                            |
| 5               | Cl | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   |                                |
| 6               | F  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   |                                |
| 7               | F  | F  | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   |                                |
| 8               | Cl | Br | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   |                                |
| 9               | H  | Cl | H | H   | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   |                                |
| 10              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> O |    | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   |                                |
| 11              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> O   |    | CH <sub>3</sub>   |                                |
| 12              | H  | Cl | H | H   | OCH <sub>3</sub>                                    | O  | CH <sub>3</sub>   |                                |
| 13              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>   |                                |
| 14              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                                     |                                |
| 15              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                     |                                |
| 16              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> C(O)OCH <sub>3</sub>  |                                |
| 17              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH(CH <sub>3</sub> )C(O)OCH <sub>2</sub> -<br>CH <sub>3</sub>                         |                                |
| 18              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>2</sub> C(O)OCH <sub>3</sub>  |                                |
| 19              | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> C(O)OCH <sub>3</sub>  |                                |
| 20              | F  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> C(O)OCH <sub>3</sub>  |                                |
| 21              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>  |                                |
| 22              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>3</sub>                                      |                                |
| 23              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  |  |                                |
| 24              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> SCH <sub>3</sub>                                      |                                |
| 25              | F  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | NH | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                                       |                                |
| 26              | F  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | NH | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                     |                                |
| 27              | F  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | NH | CH(CH <sub>3</sub> )C(O)N-<br>(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                         |                                |
| 28              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                 | OCH <sub>3</sub>                                    | O  | CH <sub>3</sub>   | 427                            |
| 29              | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | OCH <sub>3</sub>                                    | O  | CH <sub>3</sub>   | 413                            |
| 30              | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | OCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                  | O  | CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>   | 469                            |
| 31              | H  | Cl | H | H   | OCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>                  | O  | CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>   | 455                            |
| 32              | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 439                            |
| 33              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 453                            |
| 34              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 439                            |
| 35              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 425                            |
| 36              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 439                            |
| 37              | H  | Cl | H | CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 439                            |
| 38              | H  | Cl | H | CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 425                            |
| 39              | H  | Cl | H | CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 439                            |
| 40              | H  | Cl | H | CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 453                            |
| 41              | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 397                            |
| 42              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                 | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>3</sub>   | 411                            |
| 43              | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 411                            |
| 44              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                 | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 425                            |
| 45              | H  | Cl | H | H   | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 411                            |
| 46              | H  | Cl | H | CH <sub>3</sub>                                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 425                            |
| 47              | H  | Cl | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                 | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 439                            |
| 48              | Cl | F  | H | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>                 | CH <sub>3</sub>                                     | O  | CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 443                            |

Vybrané sloučeniny podle tabulky A jsou charakterizovány těmito NMR spektry:

| Sloučenina číslo |  |
|------------------|--|
| 2                | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\gamma$ 7,84—9,17<br>[m, 12H, PCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> , NHCH (CH <sub>3</sub> ), CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ],<br>7,64 (m, 4H, CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ),<br>6,25 (d, 3H, 10 Hz, POCH <sub>3</sub> ),<br>6,30 [m, 1H, NHCH(CH <sub>3</sub> )],<br>5,14 (m, 1H, NH),<br>[3,40 (dd, 1H), 3,32 (s, 1H),<br>2,75 (d, 1H, 8 Hz)<br>aromatický H]   |
| 3                | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\gamma$ 9,00, 8,70<br>(tt, 3H, PCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>8,24 (m, 4H, CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ),<br>7,64 (m, 4H, CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ),<br>6,50 (tt, 2H, NHCH <sub>2</sub> ),<br>6,25 (s, 3H, POCH <sub>3</sub> ),<br>5,37 (m, 1H, NH),<br>[3,40 (dd, 1H, 2 Hz),<br>3,32 (s, 1H), 2,75 (d, 1H 8 Hz)<br>aromatický H]   |
| 4                | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\tau$ 9,00, 8,70<br>(tt, 3H, PCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>8,97 [t, 3H, NHCH(CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> )],<br>8,24 (m, 4H, CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ),<br>7,94 (sextet, 2H, PCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>7,64 (m, 4H, CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ),<br>6,30 (m, 1H, NHCH),<br>6,25 (d, 3H, 10 Hz, POCH <sub>3</sub> ),<br>5,54 (m, 1H, NH),<br>[3,40 (dd, 1H, 2 Hz),<br>3,32 (s, 1H),<br>2,75 (d, 1H, 8 Hz)<br>aromatický H] |
| 33               | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\tau$ 9,07 (m, 6H,<br>(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> , P-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>8,68 (t, 3H P-OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>8,19 (m, 4H, CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>7,59 (m, 4H, CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ),<br>6,34 (m, 1H, NH-CH-P),<br>5,87 (m, 2H, P-OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>5,48 (dd, 1H, NH) a<br>[3,34 (d, 1H), 3,28 (s, 1H),<br>2,70 (d, 1H) fenylový H]        |

Sloučenina číslo

|    |  |
|----|--|
| 34 | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\tau$ 9,08 [t, 3H,<br>(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub> ],<br>8,72 (t, 3H, P-OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>8,53 (d, 3H, P-CH <sub>3</sub> ),<br>8,20 (m, 4H, CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>7,60 (m, 4H, CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ),<br>6,32 (m, 1H, NH-CH-P),<br>5,90 (m, 2H, P-OCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>5,57 (dd, 1H, NH) a<br>[3,34 (d, 1H), 3,22 (s, 1H),<br>2,66 (d, 1H) fenylový H] |
| 35 | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\tau$ 9,10 [t, 3H,<br>CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub> ], 8,54 (d, 3H, P-CH <sub>3</sub> ),<br>8,20 (m, 4H, CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ),<br>7,60 (m, 4H, CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ),<br>6,34 (m, 1H, NHCH-P),<br>6,26 (d, 3H, P-OCH <sub>3</sub> ),<br>5,60 (m, 1H, NH) a<br>[3,38 (d, 1H), 3,30 (s, 1H),<br>2,70 (d, 1H) fenylový H]  |
| 37 | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\tau$ 8,92 [m, 9H,<br>CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , P-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ],<br>7,58 (m, 4H, CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ),<br>6,32 (m, 1H, NHCH-P),<br>6,24 (dd, 3H, P-OCH <sub>3</sub> ),<br>5,27 (dd, 1H, NH) a<br>[3,36 (d, 1H), 3,30 (s, 1H),<br>2,70 (d, 1H) fenylový H]  |
| 38 | NMR (CDCl <sub>3</sub> ) $\tau$ 8,90 [m, 6H,<br>CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ], 8,54 (d, 3H,<br>P-CH <sub>3</sub> ), 7,59 (m, 4H,<br>CH <sub>2</sub> C=CCH <sub>2</sub> ), 6,34 (m, 1H,<br>NHCH-P), 6,26 (d, 3H, P-OCH <sub>3</sub> ),<br>5,33 (dd, 1H, NH) a<br>[3,34 (d, 1H), 3,30 (s, 1H),<br>2,70 (d, 1H) fenylový H].  |

Výhodný účinek sloučenin podle vynálezu je ilustrován v následující tabulce, kde je srovnána herbicidní účinnost sloučenin 34 a 37 s herbicidní účinností standardu 2-chlor-4-trifluormethyl-3'-ethoxy-4'-nitrodifenyletherem.

| Sloučenina                           | Herbicidní účinnost v % (1) |               |              |
|--------------------------------------|-----------------------------|---------------|--------------|
|                                      | Sloučenina 34               | Sloučenina 37 | Standard (2) |
| preemergentní použití: kg/ha plevel  | 0,36                        | 0,36          | 0,36         |
| hořčice                              | 90                          | 100           | 50           |
| abutilon                             | 100                         | 100           | 65           |
| durman                               | 30                          | 100           | 35           |
| postemergentní použití: kg/ha plevel | 0,11                        | 0,11          | 0,11         |
| povijnice                            | 100                         | 100           | 60           |
| abutilon                             | 100                         | 100           | 100          |
| laskavec                             | 100                         | 100           | 100          |
| cassia                               | 100                         | 100           | 40           |

(1) Podrobnosti testu:

a) Rozprášená kapalina:

obsahuje hmotnostně 0,01 % účinné látky, 0,01 % směsi monolaurát sorbitanu: monolaurát polyoxyethylen(20)sorbitanu: trioleát polyoxyethylen(20)sorbitanu = 1 : 1 : 1, 49,99 % acetonu, 49,99 % vody

b) preemergentní použití:

rozprášená kapalina se aplikuje na povrch půdy

c) postemergentní použití:

rozprášená kapalina se aplikuje na listoví rostlin

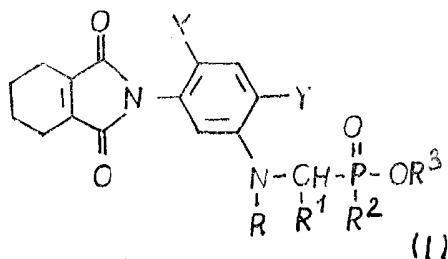
d) vyhodnocení:

herbicidní účinnost je stanovena 28 dní po aplikaci vizuálním vyhodnocením poškození rostlin (v % vzhledem k neošetřeným rostlinám)

(2) Standard = 2-chlor-4-trifluormethyl-3'-ethoxy-4'-nitrodifenylether.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek vyznačený tím, že kromě zemědělsky vhodného ředidla obsahuje jako účinnou látku sloučeninu obecného vzorce I



kde znamená

X a Y na sobě nezávisle atom vodíku nebo atom halogenu,

R a R<sup>1</sup> na sobě nezávisle atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

R<sup>2</sup> alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

R<sup>3</sup> alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku.

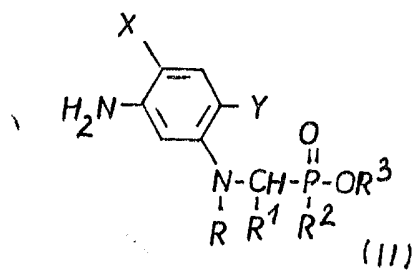
2. Herbicidní prostředek podle bodu 1,

vyznačený tím, že kromě zemědělsky vhodného ředidla obsahuje jako účinnou látku sloučeninu obecného vzorce I, kde R znamená atom vodíku a X, Y, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> a R<sup>3</sup> mají význam uvedený v bodě 1.

3. Herbicidní prostředek podle bodu 2, vyznačený tím, že kromě zemědělsky vhodného ředidla obsahuje jako účinnou látku sloučeninu obecného vzorce I, kde X znamená atom vodíku, atom chloru nebo fluoru, Y atom chloru, R<sup>1</sup> atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, R znamená atom vodíku a R<sup>2</sup> a R<sup>3</sup> mají význam uvedený v bodě 1.

4. Herbicidní prostředek podle bodu 3, vyznačený tím, že kromě zemědělsky vhodného ředidla obsahuje jako účinnou látku sloučeninu obecného vzorce I, kde R<sup>2</sup> znamená methoxyskupinu, ethoxyskupinu, methylovou skupinu, ethylovou skupinu, n-propylovou skupinu nebo isopropylovou skupinu, R<sup>3</sup> methylovou nebo ethylovou skupinu a X, Y, R a R<sup>1</sup> mají význam uvedený v bodě 3.

5. Způsob výroby sloučeniny obecného vzorce I, účinné podle bodu 1 až 4, vyznačený tím, že se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce II



kde X, Y, R, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> a R<sup>3</sup> mají shora uvede-  
ný význam se sloučeninou vzorce

