



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

246087

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 57/20

(22) Přihlášeno 27 07 84

(21) [PV 5809-84]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 27 07 83
[83 12620] Francie

(40) Zveřejněno 13 02 86

(45) Vydáno 15 12 87

(72)

Autor vynálezu BORROD GUY; LACROIX GUY, LYON (Francie)

(73)

Majitel patentu RHONE-POULENC AGROCHIMIE, LYON (Francie)

(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinných látek

1

Předložený vynález se týká herbicidních prostředků, které obsahují jako účinnou složku nové sloučeniny náležející k chemické skupině sulfonimidů obsahujících zbytek aminomethylfosfonové kyseliny. Dále se předložený vynález týká způsobu výroby těchto nových účinných látek, jakož i meziproduktů pro jejich výrobu a použití těchto nových herbicidů v zemědělství.

Je již známa celá řada sloučenin, které obsahují zbytek aminomethylfosfonové kyseliny, a které mají herbicidní vlastnosti, zejména pak z francouzských patentových spisů číslo 2 129 327, 2 281 375, 2 251 569, 2 413 398, 2 463 149, z evropských patentových spisů č. 53 871, 54 382, 73 574, z amerických patentových spisů číslo 3 160 632, 3 455 675, 3 868 407, 4 388 103, 4 397 676, z britského patentového spisu č. 2 090 596, ze světového patentu WO 83/03 608, a z bel-

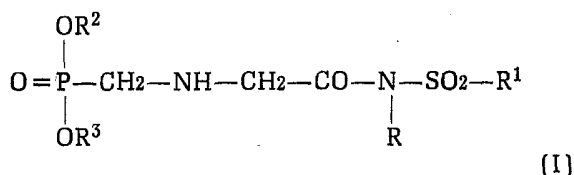
2

gických patentových spisů číslo 894 244, 894 245, 894 590, 894 591, 894 592, 894 593, 894 594 a 894 595.

Rovněž tak je známa celá řada meziproduktů pro přípravu takových sloučenin, zejména z evropských patentových spisů číslo 81 459, 97 522, 55 695, z francouzského patentového spisu č. 2 193 830 a z amerických patentových spisů č. 3 835 000 a 4 422 982.

Přesto je stále žádoucí rozšiřovat okruh upotřebitelných herbicidů k lepšímu uspokojování stálé potřeby zemědělců, stejně tak, jako okruh meziproduktů vhodných k získávání herbicidů a upotřebitelných pro nové způsoby syntéz. Některé amidy obsahující zbytek aminomethylfosfonové kyseliny jsou dobře známé, avšak tyto látky jsou buď neúčinné, nebo jsou jen málo účinné.

Nyní byly nalezeny nové sloučeniny obecného vzorce I



v němž

R^1 znamená alkylovou skupinu s 1 až 12 atomy uhlíku, cyklopropylovou skupinu nebo fenylovou skupinu, přičemž tyto skupiny jsou popřípadě substituovány alkylovými skupinami nebo atomy chloru nebo fluoru a obsahují celkem nejvýše 12 atomů uhlíku,

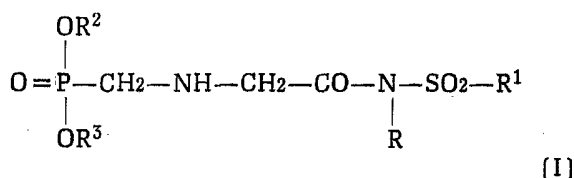
R znamená atom vodíku nebo má význam uvedený pro substituent R^1 ,

R^2 a R^3 znamenají atomy vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu, jakož i jejich soli, které jsou upotřebitelné v zemědělství.

Tyto nové sloučeniny mají vysoký a trvalý herbicidní účinek. Kromě toho mají tyto nové sloučeniny nízkou persistenci a jsou biologicky snadno odbouratelné.

Herbicidně účinné látky podle předloženého vynálezu jsou účinné při postemergentní aplikaci a mají široké spektrum účinků, mají nízký systemický účinek a jsou v případě potřeby selektivní pro některé užitkové plodiny.

Předmětem předloženého vynálezu je tudíž herbicidní prostředek, který se vyznačuje tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I



v němž

R^1 znamená alkylovou skupinu s 1 až 12 atomy uhlíku, cyklopropylovou skupinu nebo fenylovou skupinu, přičemž tyto skupiny jsou popřípadě substituovány alkylovými skupinami nebo atomy chloru nebo fluoru a obsahují celkem nejvýše 12 atomů uhlíku,

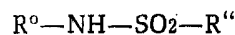
R znamená atom vodíku nebo má význam uvedený pro substituent R^1 ,

R^2 a R^3 znamenají atomy vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu, nebo její sůl upotřebitelnou v zemědělství, spolu s alespoň jednou inertní nosnou látkou použitelnou v zemědělství.

Zvláště výhodnými jsou herbicidní pro-

středky, které jako účinnou složku obsahují alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, v němž R^1 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a ostatní substituenty mají význam uvedený shora pod obecným vzorcem I.

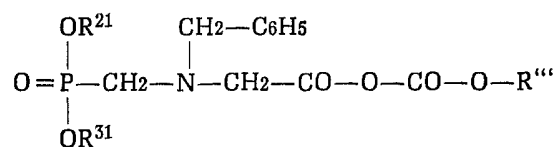
Podle předloženého vynálezu se nové herbicidně účinné sloučeniny obecného vzorce I připravují reakcí sulfonamidů obecného vzorce



v němž

R^0 má stejný význam jako substituent R s výjimkou atomu vodíku,

R'' má stejný význam jako substituent R^1 s výjimkou atomu vodíku, se smíšeným anhydridem obecného vzorce



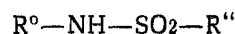
v němž

R^{21} má stejný význam jako substituent R^2 s výjimkou atomu vodíku,

R^{31} má stejný význam jako symbol R^3 s výjimkou atomu vodíku a

R''' znamená alkylovou skupinu, načež se ze získané sloučeniny odštěpí benzylová skupina hydrogenezou.

Reakce smíšeného anhydridu shora uvedeného obecného vzorce se sulfonamidem obecného vzorce

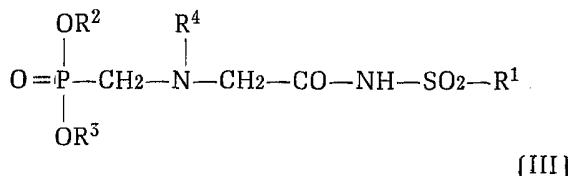


v němž R^0 a R'' mají shora uvedené významy, se výhodně provádí ve dvoufázovém prostředí vodně organického rozpouštědla v přítomnosti alkalického činidla a katalyzátoru fázového přenosu. Teplota se pohybuje obecně mezi 0 a 50 °C. Jako katalyzátoru fázového přenosu (obecně se používá v koncentraci 0,1 až 10 % hmotnostních v poměru ke smíšenému anhydridu) se může používat kvartérních amoniových solí silné kyseliny, jako tetraalkylamonium- nebo trialkylamonium-halogenidu nebo -sulfátu. Jako alkalického činidla se používá výhodně hydroxidu nebo uhličitany alkalického kovu nebo hydroxidu nebo uhličitany kovu alkalické zeminy, výhodně hydroxidu alkalického kovu.

Jak již bylo uvedeno shora, mohou být

sloučeniny obecného vzorce I rovněž přítomny ve formě solí, které jsou upotřebitelné v zemědělství. Tyto soli mohou popřípadě tvořit složky prostředků či přípravků obsahujících účinnou složku podle vynálezu, přičemž povaha prostředků používaných v praxi bude vysvětlena později.

Kromě shora uvedeného způsobu výroby sloučenin obecného vzorce I se mohou tyto sloučeniny získávat dále také tím, že se připravují ze sloučenin obecného vzorce III



v němž

R^1 , R^2 a R^3 mají shora uvedené významy a

R^4 znamená atom vodíku nebo znamená hydrogenolysovatelnou skupinu R^6 , přičemž

R^6 znamená zejména skupinu vzorce $\text{Ar}(\text{R}^5)(\text{R}^6)\text{C}-$, ve které Ar znamená aromatickou skupinu, výhodně fenylovou skupinu a

R^5 a R^6 znamenají atomy vodíku nebo skupinu Ar nebo alkylovou skupinu obsahující nejvýše 6 atomů uhlíku, reakcí s esterem obecného vzorce



v němž

R má význam uvedený shora pro vzorec I s výjimkou atomu vodíku a

HX znamená protonovou kyselinu (anorganickou nebo organickou kyselinu), výhodně silnou anorganickou kyselinu;

X znamená výhodně atom chloru, atom bromu nebo atom jodu nebo znamená sulfátovou skupinu, načež se ze získané sloučeniny odštěpí hydrogenolyzovatelná skupina R^4 hydrogenolýzou a nahradí se vodíkem.

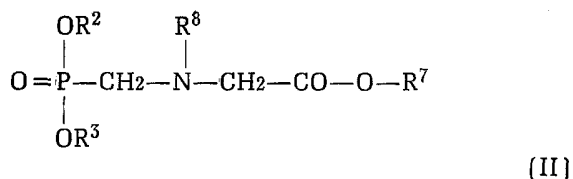
Sloučeninou $\text{X}-\text{R}$ je výhodně alkylhalogenid.

Tato reakce se výhodně provádí v rozpouštědle, v přítomnosti alkalického činidla, při teplotě mezi -10°C a $+100^\circ\text{C}$.

Používanou reakční složkou obecného vzorce III jsou výhodně takové sloučeniny, ve kterých R^2 , R^3 a R^4 mají jiné významy než atomy vodíku. Může být vhodné používat rovněž takových sloučenin obecného vzorce III, v němž R^2 a R^3 znamenají atomy vodíku, avšak v tomto případě se podstatná část sloučeniny $\text{X}-\text{R}$ spotřebuje k esterifikaci hydroxylových skupin sloučeniny obecného vzorce III.

Sloučeniny obecného vzorce III, v němž R^2 , R^3 a R^4 mají jiný význam než atomy vo-

díku, se obecně připravují reakcí sloučenin obecného vzorce II

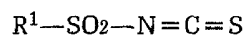


v němž

R^2 a R^3 mají významy, které již byly uvedeny ve vzorci I s výjimkou atomu vodíku, tzn., že skupiny OR^2 a OR^3 představují hydrolyzovatelné skupiny, přičemž výhodně znamenají alkylové skupiny,

R^8 má shora uvedený význam a

R^7 znamená atom vodíku, se sulfonyliso-thiokyanátem obecného vzorce



v němž

R^1 má shora uvedený význam, výhodně v rozpouštědle a v přítomnosti alkalického činidla, výhodně terciárního aminu. Tato reakce se provádí výhodně při teplotách mezi 10 a 120°C .

V různých předchozích vzorcích znamená Ar aromatickou skupinu, výhodně arylovou skupinu a zvláště fenylovou skupinu; tato skupina Ar nese popřípadě jeden nebo více substituentů, které nemají nežádoucí vliv na průběh reakce (alkylová skupina, alkoxy-skupina, nitroskupina, atomy halogenu a další, přičemž počet atomů uhlíku činí výhodně nejvýše 6), ačkoli to nepředstavuje podrobný výčet k použití takovýchto výhodných substituentů.

Jako skupinu R^8 lze uvést:

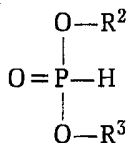
benzylovou skupinu,
1-fenylethylovou skupinu,
1-fenylpropylovou skupinu,
naftylmethylovou skupinu,
1-naftylethylovou skupinu,
1-naftylpropylovou skupinu,
difenylmethylovou skupinu a
tritylovou skupinu, tj.
trifenylmethylovou skupinu.

Sloučeniny obecného vzorce II, v němž R^2 , R^3 a R^4 mají jiný význam než atomy vodíku a R^7 znamená atom vodíku, se obecně připravují hydrolýzou sloučenin obecného vzorce II, v němž R^2 , R^3 , R^4 a R^7 mají všechny jiný význam než atomy vodíku.

V praxi je touto hydrolýzou zmýdelnění, pro které se obecně používá molárního množství alkalického činidla, které je co do množství stejné jako molární množství sloučeniny vzorce II.

Sloučeniny obecného vzorce II, v němž

R^2 , R^3 , R^4 a R^7 mají všechny jiný význam než vodík, se vhodně připravují reakcí fosfitu (nebo esteru fosfonové kyseliny) obecného vzorce IV

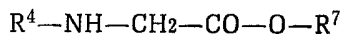


(IV)

v němž

R^2 a R^3 mají shora uvedené významy, s formaldehydem a N-substituovaným derivátem glycinu, přičemž substituentem na atomu dusíku je hydrogenolyzovatelný substituent.

N-substituovaným derivátem glycinu je v praxi sloučenina obecného vzorce



v němž

R^4 a R^7 mají stejné významy jako v obecném vzorci II.

Tato reakce se obecně provádí při teplotách mezi 0 a 100 °C, výhodně při teplotách mezi 20 a 90 °C, a to jednoduchým smícháním reakčních složek. I když je vhodný malý nadbytek (3 : 1 až 1 : 3 v molárním poměru) jedné z reakčních složek v poměru ke druhé, v praxi je mnohem výhodnější používat reakční složky v asi stechiometrickém množství a nadbytek by se neměl odchylovat od stechiometrického poměru o více než 20 %.

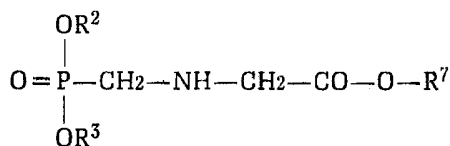
Skutečnost, že není nutný nadbytek jedné z reakčních složek v poměru ke druhé, náleží vskutku k jedné z hlavních výhod tohoto vynálezu. Další výhodou tohoto vynálezu spočívá v dosahování dobrých výtěžků, které se dosahují při přípravě sloučenin obecného vzorce II.

Formaldehyd se používá v jakékoli z jeho běžně dosažitelných forem. Podle nejrozsáhlejší z metod se formaldehyd používá ve formě vodného roztoku o koncentraci mezi 1 % a stavem nasycení, výhodně o koncentraci 30 až 40 %.

Reakce se může provádět v přítomnosti inertního rozpouštědla, avšak obecně není přítomnost takového rozpouštědla nutná a patří k další výhodě předloženého vynálezu, že pro přípravu sloučenin obecného vzorce II není potřebná přítomnost rozpouštědla (s výjimkou vody obsažené ve formaldehydu podle výhodné metody).

Reakční produkt se izoluje jakoukoli známou metodou.

Sloučeniny obecného vzorce II se mohou přeměnit na herbicidně účinné sloučeniny (které mohou být známé) obecného vzorce V



(V)

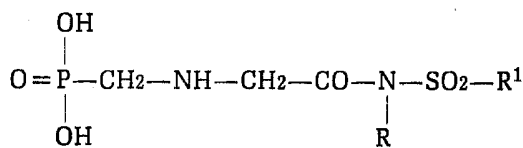
v němž

R^2 , R^3 a R^7 mají shora uvedené významy, jednoduchou hydrogenolýzou skupiny R^8 . Ve většině případů se jedná o debenzylaci. Výhodně se provádí ve vodném nebo alkoholickém prostředí při teplotě místnosti nebo při zvýšené teplotě, při tlaku atmosférickém nebo při vyšším tlaku. Jako katalyzátoru se může používat obvyklých katalyzátorů hydrogenolýzy skupiny R^8 . Jako vhodné katalyzátory lze uvést paládium, platinu a Raney nikl. Tyto katalyzátory se mohou používat popřípadě na inertním nosiči. Je rovněž vhodné používat shora uvedené kovy, zejména paládium a platinu, ve formě solí, hydroxidů nebo oxidů, které se převedou na odpovídající kov působením vodíku.

Výhodným katalyzátorem pro debenzylaci jsou katalyzátory na bázi paládia, jako je paládium na aktivním uhlí nebo paládium na síranu barnatém nebo hydroxid paládia na aktivním uhlí. Na konci reakce se katalyzátor může oddělit filtrací a filtrát se odpaří. Produkt obecného vzorce V se takto získá v prakticky čistém stavu. Značná výhoda postupu podle vynálezu spočívá v tom, že reakční čas potřebný pro debenzylaci, je poměrně krátký, což umožňuje vhodné použití menších množství katalyzátoru.

Pokud je žádoucí příprava neesterifikovaných forem známých herbicidně účinných sloučenin, jako například samotného N-fosfonomethylglycinu, pak je vhodná úplná nebo částečná hydrolýza sloučenin vzorce V známým způsobem, například zahříváním s vodným roztokem kyselého nebo alkalického činidla, zejména hydroxidu nebo uhličitanu alkalického kovu nebo kovu alkalické zeminy, nebo se silnou anorganickou nebo organickou kyselinou, jako chlorovodíkovou kyselinou, sírovou kyselinou, fosforečnou kyselinou, chloristou kyselinou nebo arylsulfonovou kyselinou. Tato hydrolýza se může také spojit s přípravou solí (tj. s přípravou solí, které jsou upotřebitelné v zemědělství) nebo přeměnou na jiné herbicidně účinné sloučeniny.

Sloučeniny podle předloženého vynálezu obecného vzorce VI

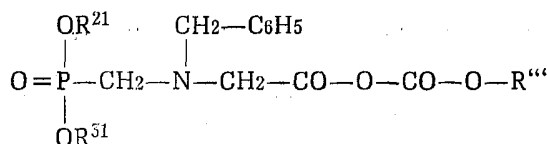


(VI)

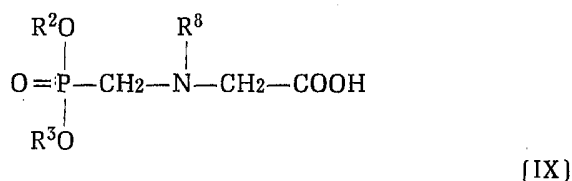
se nejvhodněji připravují desalkylací (nebo

transesterifikací) sloučenin obecného vzorce I, v němž R^2 a R^3 mají jiný význam než atomy vodíku. Tato desalkylace se výhodně provádí působením halogenovodíku v aprotickém polárním organickém rozpouštědle, například v nižších alifatických karboxylových kyselinách.

Sloučeniny obecného vzorce



které se používají jako výchozí látky při postupu podle vynálezu se připravují reakcí sloučeniny obecného vzorce IX

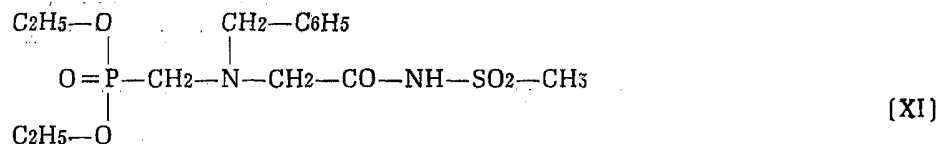


(výhodně ve formě soli) s alkylchlormravenčanem ($\text{Cl}—\text{CO}—\text{O}—\text{alkyl}$).

Sloučenina vzorce IX se používá výhodně ve formě amonné soli a zvláště výhodně ve formě soli s terciárním aminem, jako s triethylaminem. Reakce se provádí výhodně při teplotě mezi -30 a $+10$ °C v přítomnosti rozpouštědla. Použije-li se jako rozpouštědla takové látky, ve které je sůl vznikající během reakce nerozpustná, pak je možno oddělit reakční produkt filtrací. Pro tento případ je vhodné použití etherů a esterů, jakožto rozpouštědel, zejména tetrahydrofuranu a ethylacetátu.

Sloučenina obecného vzorce IX se může připravit hydrolýzou sloučeniny obecného vzorce II, výhodně v přítomnosti alkalického činidla v množství alespoň takovém, které odpovídá stechiometrickému množství. R^7 má jiný význam, než atom vodíku.

Následující příklady vynález blíže ilustru-



Příklad 2

23,5 g sloučeniny vzorce XI se rozpustí ve 100 ml dimethylformamidu. Do reaktoru, který se udržuje na teplotě 25 °C a pod atmosférou dusíku, se potom přidá 1,8 g hydridu sodného (čistota: 80 %). Po tomto přídatku se nechá reakce dále probíhat po dobu 30 minut při teplotě 20 °C a potom se přidá 9,9 g methyljodidu. Teplota přitom vystoupí z 21 °C na 24 °C. Potom se reakční směs zahřívá 30 minut na teplotu 70 °C.

Rozpouštědlo se odpaří a přidá se 200 ml

ji a ukazují možnosti jeho využití, jeho rozsah však v žádném směru neomezuje.

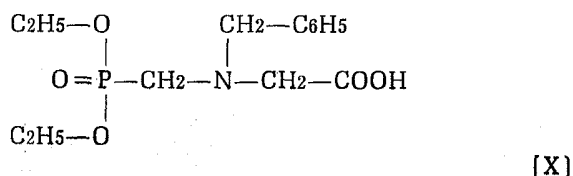
Příklady 1 až 11 ilustrují způsob přípravy a fyzikální vlastnosti herbicidně účinných sloučenin a chemických meziproduktů podle vynálezu. Teploty tání odpovídají obecně stavu tání s rozkladem. Pokud se udávají spektrální charakteristiky, pak vyjadřují buď infračervené (IČ) absorpční pásy v cm^{-1} nebo chemické posuny protonů v nukleárním magnetickém rezonančním spektru (NMR).

V tomto posléze uvedeném případě jsou posuny vyjádřeny v ppm (počet částí z miliónu) a měření se provádí v deuterovaném chloroformu v přítomnosti tetramethylsilanu jako standardu.

Příklad 12 ilustruje použití sloučenin podle vynálezu při postemergentním ošetření rostlin.

Příklad 1

N-benzyl-N-(diethylfosfonomethyl)glycin vzorce X

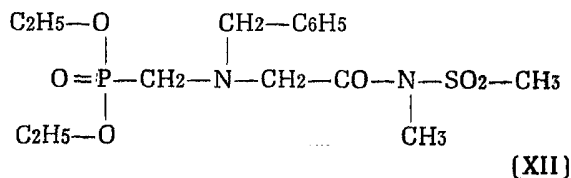


který se používá jako výchozí látka, se připraví postupem popsáním v příkladu 7.

Sloučenina vzorce X v množství 56,3 g se rozpustí ve 200 ml acetonitrilu. K roztoku se přidá 0,1 ml triethylaminu a potom se přikape 24,5 g methylsulfonylisothiokyanátu vzorce $\text{CH}_3—\text{SO}_2—\text{NCS}$. Uvolňovaný COS se váže v methanolickém roztoku hydroxidu sodného. Teplota reakční směsi stoupne z 20 °C na 35 °C. Po přidání se reakční směs vaří 1 hodinu pod zpětným chladičem a potom se zahustí za sníženého tlaku.

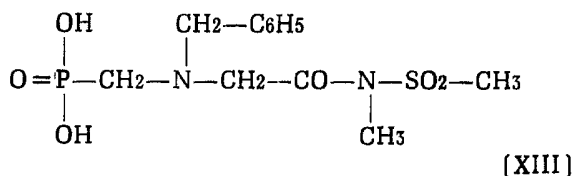
Získá se 70,5 g olejovitého produktu vzorce

methylenchloridu. Reakční směs se promyje vodným roztokem uhlíčitanu sodného a potom vodou, vysuší se a zahustí se. Tímto způsobem se získá 16 g olejovitého produktu vzorce XII



Příklad 3

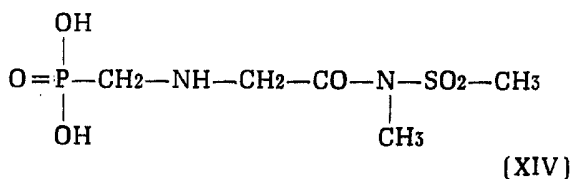
50 g bezvodého bromovodíku se rozpustí ve 100 ml octové kyseliny při teplotě 15 °C a tato teplota se potom udržuje pomocí lázně s ledovou vodou. Potom se k roztoku přidá roztok obsahující 45 g sloučeniny vzorce XII a 45 ml octové kyseliny. Reakce se nechá probíhat 30 hodin při teplotě 20 °C. Reakční směs se zahustí, zbytek se rozpustí v methanolu, roztok se vysráží přidáním propylenoxidu, produkt se odfiltruje, promyje se methanolem a vysuší se. Získá se 36 g (93 % teorie) sloučeniny vzorce XIII



Tímto produktem je sloučenina ve formě bílého prášku o teplotě tání 205 °C.

Příklad 4

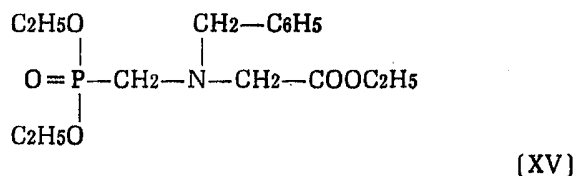
1 g paládiového katalyzátoru na aktivním uhlí (10 % paládía) se smísí s 20 ml koncentrované chlorovodíkové kyseliny a se 150 ml methanolu. Potom se rozpustí 8,4 g sloučeniny vzorce XIII. Roztokem se potom vede proud vodíku, který se přeruší, když se teplota z 24 °C vrátí zpět na 21 °C. Směs se zfiltruje a filtrát se zahustí. Koncentrát se rozpustí v 50 ml methanolu. K tomuto roztoku se přidají 2 ml propylenoxidu, čímž dojde k vysolení. Sraženina se odfiltruje a promyje se acetone. Získá se 4,8 g sloučeniny vzorce XIV



Příklad 5

1,466 g (14,66 mol) 30% (% hmotnostní) vodného roztoku formaldehydu se za míchání při teplotě místnosti během 1,5 hodiny přidá ke směsi 2 830 g (14,66 mol) N-benzylglycinátu a 2 028 g (14,17 mol) diethylfosfitu [(C₂H₅O)₂P(O)H]. Během přilévání roztoku stoupne teplota na 41 °C. Reakční směs se potom zahřívá 1,5 hodiny na 90 °C a potom se ochladí.

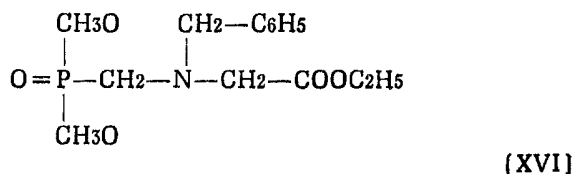
Za účelem extrakce reakčního produktu se ke směsi přidá 7 litrů methylenchloridu a směs se potom promývá třikrát vždy 6 litry vody. Rozpouštědlo se odstraní. Takto se získá 4 647 g světle hnědého oleje s indexem lomu n_D^{20} 1,491. Výtěžek činí 92,4 %. Takto získaná sloučenina odpovídá vzorci XV



Příklad 6

Postupuje se stejným způsobem jako v příkladu 5, avšak diethylfosfit se nahradí dimethylfosfitem (označovaným též jako methylfosfonát) vzorce (CH₃O)₂P(O)H.

Tímto způsobem se získá v 87% výtěžku sloučenina vzorce XVI



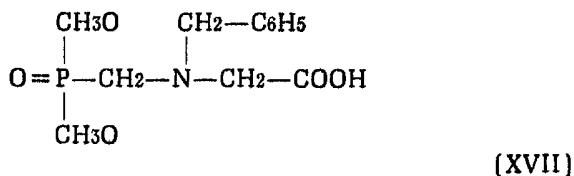
Index lomu n_D^{20} = 1,499.

Příklad 7

Do 2 915 gs sloučeniny vzorce XV se během 1 ½ hodiny vylije vodný roztok 5% (% hmotnostní) hydroxidu sodného (6,8 litru) při teplotě 40 °C. Směs se potom zahřívá na teplotu 80 °C po dobu 1 ½ hodiny, ochladí se a promyje se 4 litry methylenchloridu. Vodný roztok se okyslí přidáním 800 ml 10 N roztoku chlorovodíkové kyseliny na pH 2. Produkt oddělený z vodné vrstvy ve formě oleje se extrahuje 5 litry methylenchloridu. Methylenchloridový roztok se promyje 2 X vždy 2,5 litru vody, odpaří se k suchu, a tak se získá 2 012 g (výtěžek 75 %) sloučeniny vzorce X, která při skladování krystaluje (teplota tání 37 °C).

Příklad 8

Postupuje se jako v příkladu 7, avšak jako výchozí látky se používá místo sloučeniny vzorce XV sloučeniny vzorce XVI. Tak se získá sloučenina vzorce XVII

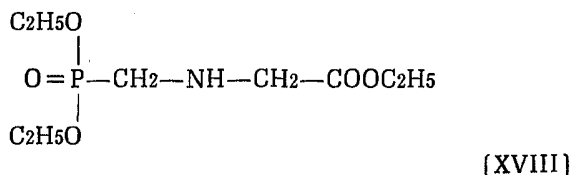


tající při 73,8 °C. Výtěžek 36 %.

Příklad 9

Do reaktoru o obsahu 500 ml se předloží roztok 68,6 g sloučeniny vzorce XV ve 150 mililitrech methanolu. Potom se přidá 9 g katalyzátoru, který je tvořen pastou obsahující 10% (% hmotnostní) paládía na aktiv-

ním uhlí a 10 ml vody. Atmosféra v reaktoru se nahradí dusíkem a potom se při teplotě 20 °C zavádí po dobu 5 hodin vodík. Směs se zfiltruje, filtrát se odpaří, a tak se získá 49 g sloučeniny vzorce XVIII

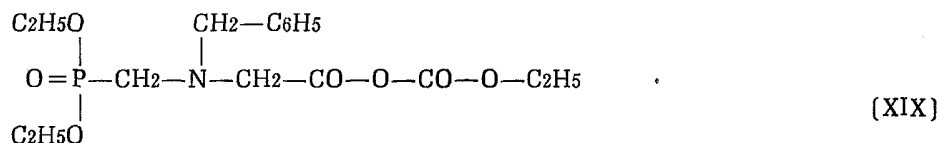


ve formě kapaliny o indexu lomu $n_D^{20} = 1,541$. Výtěžek 97 %.

12,7 g této sloučeniny vzorce XVIII se rozpustí v 50 ml vodného roztoku, který obsahuje 20 % hmotnostních chlorovodíkové kyseliny. Roztok se pak zahřívá k varu 20 hodin pod zpětným chladičem. Potom se reakční směs zahustí za sníženého tlaku a zbytek se promyje methanolem. Po vysušení se získá 6,5 g (výtěžek 77 %) N-(fosfonomethyl)glycinu.

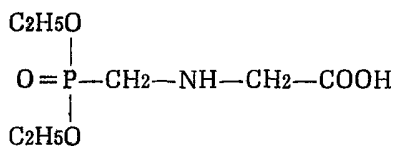
Příklad 10

V reaktoru o obsahu 250 ml se rozpustí 10 g sloučeniny vzorce X v 50 ml methanolu. Potom se k roztoku přidá 0,3 g katalyzá-



Tento smíšený anhydrid se rozpustí v 500 mililitrech methylenchloridu. K roztoku se potom přidají 3 g triethylbenzylamoniumchloridu a 72 g N-methylmethansulfonamidu. Směs se ochladí na +10 °C. Potom se přikape 51 g vodného roztoku, který obsahuje 50 % hmotnostních hydroxidu sodného. V míchání se potom pokračuje 1 hodinu při teplotě 20 °C a přidá se 300 ml vody.

toru ve formě pasty použité v příkladu 9. Atmosféra v reaktoru se pak nahradí dusíkem a zavádí se vodík po dobu 2 h při teplotě místnosti (20 až 25 °C). Reakční směs se pak zfiltruje, filtrát se odpaří a získá se 7,5 gramů (výtěžek 100 %) sloučeniny vzorce



Po překrystalování taje uvedená sloučenina při 115 °C.

Příklad 11

189 g N-benzyl-N-(diethylfosfonomethyl)glycinu vzorce X se rozpustí v 600 ml bezvodého tetrahydrofuranu. Do tohoto roztoku se postupně při teplotě místnosti přidá 60,6 gramů triethylaminu. Po 15 minutách se sníží teplota z teploty místnosti na -10 °C a do směsi se během 20 minut postupně přidá 66 g ethylchlorformiátu. Teplota se pak nechá vystoupit na +10 °C a směs se zfiltruje. Sraženina se promyje tetrahydrofuranem. Spojené filtráty se odpaří. Takto se získá 225 g sloučeniny vzorce XIX

Jednotlivé vrstvy se oddělí, organická vrstva se promyje vodou, vysuší se a zahustí se. Získá se olejový produkt vzorce XII v množství 202 g (83% výtěžek) s indexem lomu $n_D^{22} 1,507$.

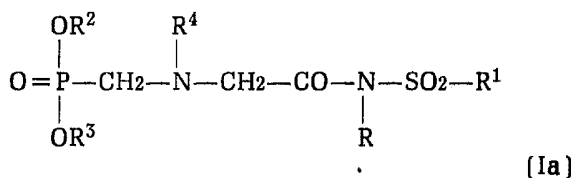
Sloučeniny obecného vzorce I uvedené v následující tabulce I se připraví postupem popsaným v příkladech 3, 4 a 11.

Tabulka I

Sloučenina číslo	R	R ¹	R ² a R ³	Fyzikální vlastnosti (teplota tání)
1	CH ₃ —	CH ₃ —	H	213 °C
2	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	H	219 °C
3	CH ₃ —	(CH ₃) ₂ CH—	H	232 °C
4	CH ₃ —	o-CH ₃ —C ₆ H ₄ —	H	217 °C
5	CH ₃ —	p-CH ₃ —C ₆ H ₄ —	H	225 °C
6	C ₂ H ₅	CH ₃ —	H	322 °C
7	n-C ₃ H ₇ —	CH ₃ —	H	230 °C
8	n-C ₄ H ₉ —	CH ₃ —	H	231 °C
9	CH ₃ —	Cl—CH ₂ —	H	190 °C
10	cyklopropyl	CH ₃ —	H	235 °C
11	CH ₃ —	n-C ₄ H ₉ —	H	236 °C
12	CH ₃ —	n-C ₃ H ₇ —	H	230 °C
13	CH ₃ —	C ₆ H ₁₃ —	H	240 °C
14	CH ₃ —	CF ₃ —	H	180 °C
15	CH ₃ —	C ₁₂ H ₂₅ —	H	230 °C
16	CH ₃ —	Cl—(CH ₂) ₃ —	H	213 °C
17	C ₆ H ₅ —	CH ₃ —	H	234 °C
18	C ₆ H ₁₃ —	CH ₃ —	H	237 °C

V následující tabulce Ia jsou uvedeny fyzikální vlastnosti výchozích látek, popřípadě meziproduktů obecného vzorce Ia

použitelných pro přípravu sloučenin obecného vzorce I:



Slouče- nina č.	R	R ¹	R ² a R ³	R ⁴	Fyzikální vlastnosti
1a	CH ₃ —	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,507
2a	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,506
3a	CH ₃ —	(CH ₃) ₂ CH—	C ₂ H ₅ —	benzyl	IČ: 1 700 NMR: 3,30 až 3,92 11,5
4a	CH ₃ —	o-CH ₃ —C ₆ H ₄ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	t. t. 146 °C
5a	CH ₃ —	p-CH ₃ —C ₆ H ₄ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	
6a	C ₂ H ₅ —	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,507
7a	n-C ₃ H ₇ —	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	IČ: 1 696
8a	n-C ₄ H ₉ —	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,494
9a	CH ₃ —	Cl—CH ₂ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,514
10a	cyklopropyl	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,505
11a	CH ₃ —	n-C ₄ H ₉ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,491
12a	CH ₃ —	n-C ₃ H ₇ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,499
13a	CH ₃ —	n-C ₆ H ₁₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,496
14a	CH ₃ —	CF ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,477
15a	CH ₃ —	n-C ₁₂ H ₂₅ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,496
16a	CH ₃ —	Cl—(CH ₂) ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	n _D ²⁰ 1,512
17a	C ₆ H ₅ —	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	t. t. 95 °C
18a	n-C ₆ H ₁₃ —	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	benzyl	IČ: 1 700
19a	CH ₃ —	CH ₃ —	H	benzyl	t. t. 205 °C
20a	CH ₃ —	C ₂ H ₅ —	H	benzyl	t. t. 212 °C
21a	CH ₃ —	(CH ₃) ₂ CH—	H	benzyl	t. t. 220 °C
22a	CH ₃ —	o-CH ₃ —C ₆ H ₄ —	H	benzyl	t. t. 205 °C
23a	CH ₃ —	p-CH ₃ —C ₆ H ₄ —	H	benzyl	t. t. 224 °C
24a	C ₂ H ₅ —	CH ₃ —	H	benzyl	NMR: 3,74 až 4,72 13,2
25a	n-C ₃ H ₇ —	CH ₃ —	H	benzyl	IČ: 1 696

Slouče- nina č.	R	R ¹	R ² a R ³	R ⁴	Fyzikální vlastnosti
26a	n-C ₄ H ₉ —	CH ₃ —	H	benzyl	NMR: 3,70 až 4,74 13
27a	CH ₃ —	Cl-CH ₂ —	H	benzyl	t. t. 155 °C
28a	cyklopropyl	CH ₃ —	H	benzyl	t. t. 222 °C
29a	CH ₃ —	n-C ₄ H ₉ —	H	benzyl	t. t. 218 °C
30a	CH ₃ —	n-C ₃ H ₇ —	H	benzyl	t. t. 217 °C
31a	CH ₃ —	C ₆ H ₁₃ —	H	benzyl	t. t. 206 °C
32a	CH ₃ —	CF ₃ —	H	benzyl	t. t. 150 °C
33a	CH ₃ —	C ₁₂ H ₂₅ —	H	benzyl	t. t. 185 °C
34a	CH ₃ —	Cl-(CH ₂) ₃ —	H	benzyl	t. t. 202 °C
35a	C ₆ H ₅ —	CH ₃ —	H	benzyl	t. t. 204 °C
36a	C ₆ H ₁₃ —	CH ₃ —	H	benzyl	t. t. 221 °C

Příklad 12

Herbicidní účinek při postemergentním ošetření různých druhů rostlin

Do květináčů o rozměrech 9 × 9 × 9 cm naplněných lehkou zemědělskou půdou se zasijí semena pokusných rostlin vždy v počtu závisejícím na druhu rostliny a na velikosti semene.

Semena se potom překryjí vrstvou půdy vysokou přibližně 3 mm a nechají se klíčit až do vzniku klíčících rostlin vhodného stupně vývoje. Vhodné stádium pro ošetření jednoděložných rostlin je při vytvoření druhého listu. Vhodné stádium pro ošetření dvojděložných rostlin je při otevření děložního listu a vyvinutí prvního pravého listu.

Květináče se potom postříkají postřikovou směsí v množství odpovídajícím aplikovanému objemu 500 litrů na 1 ha a obsahující účinnou látku v požadované koncentraci.

Postřiková směs používaná k ošetření je představována vodnou suspenzí nebo roztokem účinné složky, která obsahuje 0,1 % hmotnostního Cemulsolu NP 10 povrchově aktivní prostředek sestávající z polykonden-

začního produktu ethylenoxidu a alkylfenolu, zejména polykondenzačního produktu ethylenoxidu s nonylfenolem) a 0,04 % hmotnostního Tween 20 (povrchově aktivní prostředek sestávající z oleátu polykondenzačního produktu ethylenoxidu odvozeného od sorbitolu).

Aplikovaná dávka účinné látky činí 4 kg/ha.

Květináče se po ošetření umístí do koryt naplněných vodou a určených k spodnímu zavlažování a udržují se po dobu 28 dnů při teplotě okolí a při 70% relativní vlhkosti vzduchu.

Po uplynutí 28 dnů se zjistí počet živých rostlin v květináčích ošetřených postřikovou směsí, která obsahuje testovanou účinnou látku, a počet živých rostlin v kontrolním květináči ošetřených za stejných podmínek, avšak za použití postřikové směsi bez účinné látky. Poté se stanoví procento účinku destrukce ošetřených rostlin ve srovnání s neošetřenou kontrolou. Procento destrukce rovnající se 100 % označuje úplné zničení příslušných druhů rostlin a hodnota 0 % označuje, že počet živých rostlin v ošetřeném květináči je stejný jako počet živých rostlin v kontrolním květináči.

Při testech bylo použito následujících druhů rostlin:

Název	Latinský název	Zkratka
ježatka kuří noha	<i>Echinochloa crus-galli</i>	PA
jílek mnohokvětý	<i>Lolium multiflorum</i>	RG
fazol obecný	<i>Phaseolus vulgaris</i>	BE
hořčice bílá	<i>Sinapis alba</i>	MU
merlík bílý	<i>Chenopodium album</i>	GO

Dosažené výsledky jsou shrnuty v následující tabulce II.

Tabulka II

Sloučenina číslo	Druh rostliny				
	PA	RG	BE	MU	GO
1	100	98	100	100	100
2	98	95	100	100	100
3	98	95	100	100	100
4	20	30	0	100	30
5	0	20	100	98	80
6	80	70	100	100	100
7	60	20	100	95	80
8	0	0	0	80	80
9	40	70	100	100	98
10	0	10	100	90	50
11	20	10	100	100	60
12	80	80	100	100	80
14	100	100	100	100	100
16	30	0	100	100	20
17	10	0	0	80	20

Sloučeniny uvedené v tabulce II byly rovněž použity v množství 1 kg/ha a vykazovaly i při tomto podstatně nižším množství dobrý účinek. Tyto sloučeniny vykazují dob-

rý účinek také vůči velkému počtu dalších rostlin. Některé z nich jsou uvedeny v následující tabulce III:

Tabulka III

Český název	Latinský název
laskavec ohnutý	<i>Amaranthus retroflexus</i>
abutilon	<i>Abutilon theophrasti</i>
	<i>Sida spinosa</i>
	<i>Sesbania</i>
řepeň	<i>Xanthium pennsylvanicum</i>
	<i>Bidens</i>
rdesno	<i>Polygonum convolvulus</i>
hořčice	<i>Zea mays</i>
ptačinec žabinec	<i>Stellaria media</i>
kopretina	<i>Chrysanthemum</i>
rosička krvavá	<i>Digitaria sanguinalis</i>
bér	<i>Setaria faberi</i>
lilek černý	<i>Solanum nigrum</i>
šáchor	<i>Cyperus esculentus</i>

Provedené testy ukazují na pozoruhodně výhodné vlastnosti sloučenin podle předloženého vynálezu jako herbicidů se širokým spektrem účinků a účinkem při postemergentní aplikaci. Uvedené sloučeniny jsou při preemergentní aplikaci obecně neúčinné.

V praxi se sloučeniny podle vynálezu zřídka používají samotné, ale nejčastěji tvoří součást vhodných prostředků. Tyto prostředky, které je možno používat jako herbicidy, obsahují jako účinnou látku shora popsanou sloučeninu podle vynálezu, v kombinaci s pevnými nebo kapalnými nosiči upotřebitelnými v zemědělství a s povrchově aktivními činidly, rovněž upotřebitelnými v zemědělství. K tomuto účelu je možno používat zejména inertní nosiče a obvyklá povrchově aktivní činidla. Shora uvedené prostředky jsou rovněž předmětem předloženého vynálezu.

Tyto prostředky mohou rovněž obsahovat všechny možné typy dalších složek, jako jsou například ochranné koloidy, adheziva, zahušťovadla, thixotropní činidla, penetrační činidla, stabilizátory, komplexotvorná činidla apod., jakož i jiné známé účinné látky s pesticidními vlastnostmi (zejména s insekticidními, fungicidními nebo herbicidními vlastnostmi) nebo látky se schopností regulovat růst rostlin. Obecněji řečeno je možno sloučeniny podle vynálezu kombinovat s libovolnými pevnými nebo kapalnými přísadami, tak, jak to odpovídá obvyklým technikám při výrobě takovýchto prostředků.

Používané dávkování sloučenin podle vynálezu se může měnit v širokých mezích, zejména v závislosti na charakteru nežádoucích rostlin, které se mají odstraňovat a

na obvyklém stupni zamoření užitkových plodin těmito nežádoucími rostlinami.

Obecně obsahují prostředky podle vynálezu zhruba od 0,05 do 95 % hmotnostních jedné nebo několika účinných látek podle vynálezu, zhruba od 1 do 95 % hmotnostních jednoho nebo několika pevných či kapalných nosičů a popřípadě zhruba od 0,1 do 50 % hmotnostních jednoho nebo několika povrchově aktivních činidel.

V souhlase s tím, co zde již bylo řečeno, se tedy sloučeniny používané ve smyslu vynálezu obecně kombinují s nosiči a popřípadě s povrchově aktivními činidly.

Výrazem „nosič“ ve smyslu tohoto vynálezu se míní organický nebo anorganický, přírodní nebo syntetický materiál, s nímž se účinná látka kombinuje k usnadnění své aplikace na rostlinu, na její semena nebo do půdy. Tento nosič je tedy obecně inertní a musí být upotřebitelný v zemědělství — zejména musí být přijatelný pro ošetřovanou rostlinu.

Nosič může být pevný (hlinky, přírodní nebo syntetické silikáty, křemelina, pryskyřice, vosky, pevná strojená hnojiva apod.) nebo kapalný (voda, alkoholy, zvláště butanol), estery, zvláště methylglykolacetát, ketony, zvláště cyklohexanon a isoforon, ropné frakce, parafinické nebo aromatické uhlovodíky, zvláště xyleny, alifatické chlorované uhlovodíky, zvláště trichlorethan, nebo aromatické chlorované uhlovodíky, zvláště chlorbenzeny; rozpouštědla rozpustná ve vodě, jako dimethylformamid, dimethylsulfoxid nebo N-methylpyrrolidon, zkapalněné plyny, apod.).

Povrchově aktivním činidlem může být emulgátor, dispergátor nebo smáčedlo ionogenního nebo neionogenního typu nebo směs takových povrchově aktivních činidel. Jako příklady je možno uvést soli polyakrylových kyselin, soli lignosulfonových kyselin, soli fenolsulfonových nebo naftalensulfonových kyselin, produkty polykondenzace ethylenoxidu s mastnými alkoholy, mastnými kyselinami nebo aminy mastné řady, substituované fenoly (zejména alkylfenoly nebo arylfenoly), soli esterů sulfojantarové kyseliny, deriváty taurinu (zejména alkyltauráty), estery kyselin fosforečné s kondenzačními produkty ethylenoxidu s alkoholy či fenoly, estery mastných kyselin s polyoly, a sulfáty, sulfonáty a fosfáty funkčních derivátů shora uvedených sloučenin.

Přítomnost alespoň jednoho povrchově aktivního činidla je obecně nezbytná v případě, že účinná látka nebo/a inertní nosič jsou ve vodě jen velmi málo rozpustné nebo nejsou ve vodě rozpustné, a voda přitom slouží jako médium pro přípravu aplikační formy.

K aplikacím se tedy sloučeniny obecného vzorce I obecně používají ve formě prostředků. Tyto prostředky podle tohoto vynálezu se mohou tudíž vyskytovat ve velmi široké paletě pevných nebo kapalných forem.

Jako pevné formy těchto prostředků lze uvést popraše (v nichž se obsah účinné látky obecného vzorce I může pohybovat až do 80 %) a granule, zejména granule získávané vytlačováním, lisováním, impregnováním granulovaného nosiče nebo přípravou z prášku (obsah sloučeniny obecného vzorce I v těchto granulátech se může pohybovat mezi 0,5 a 80 % pro tyto poslední zmíněné případy).

Jako kapalné prostředky nebo prostředky, které se převádějí na kapalně přípravky při aplikaci, je možno uvést roztoky, zejména emulgovatelné koncentráty, emulze, suspenzní koncentráty, aerosoly, smáčitelné prášky, suché volně tekoucí preparáty a pasty.

Emulgovatelné nebo rozpustné koncentráty obsahují většinou 5 až 80 % účinné látky, zatímco emulze nebo roztoky určené pro přímou aplikaci obsahují v tomto případě 0,01 až 20 % účinné látky. Kromě rozpouštědla mohou emulgovatelné koncentráty popřípadě obsahovat 2 až 50 % vhodných přísad, jako stabilizátorů, povrchově aktivních prostředků, penetračních prostředků, inhibitorů koroze, barviv nebo adheziv.

Emulze jakékoli požadované koncentrace, které jsou vhodné zejména k aplikaci na rostliny, je možno získat z těchto koncentrátů ředěním vodou.

Jako příklad lze uvést složení několika emulgovatelných koncentrátů:

účinná složka	100 g
polykondenzační produkt	
ethylenoxidu a alkylfenolu	100 g
ethylenglykolmethylether	400 g
aromatická ropná frakce destilující v rozsahu od 160 do 185 °C	400 g

Jako další příklad složení emulgovatelného koncentrátu lze uvést:

účinná složka	50 g
epoxidovaný rostlinný olej	25 g
směs alkylarylsulfonátu a polyglykoetheru a mastných alkoholů	100 g
dimethylformamid	250 g
xylén	575 g

Suspenzní koncentráty, které je možno aplikovat postřikem, se připravují tak, aby vznikl kapalně stabilní produkt, z něhož se nevyklučuje usazenina, a obvykle obsahují 10 až 75 % účinné složky, od 0,5 do 15 % povrchově aktivních činidel, od 0,1 do 10 % thixotropních činidel, od 0 do 10 % vhodných přísad, jako prostředků proti pění, inhibitorů koroze, stabilizátorů, penetračních činidel a adheziv, a jako nosič vodou nebo organickou kapalinu, v níž je účinná látka jen nepatrně rozpustná nebo nerozpustná. V nosiči je možno rozpustit určité organické pevné látky nebo anorganické so-

li, které mají za úkol napomáhat při zabraňování sedimentace nebo působit jako čídnidla proti zamrznutí vody.

V následující části je uveden příklad složení suspenzního koncentráту:

účinná látka	500,0 g
fosfát polykondenzačního produktu ethylenoxidu tristyrylfenolu	50,0 g
polykondenzační produkt ethylenoxidu a alkylfenolu	50,0 g
polykarboxylát sodný	20,0 g
ethylenglykol	50,0 g
organopolysiloxanový olej (prostředek proti pění)	1,0 g
polysacharid	1,5 g
voda	316,5 g

Smáčitelné prášky se obvykle připravují tak, aby obsahovaly 10 až 80 % účinné látky, a obecně obsahují kromě pevného nosiče 0 až 5 % smáčedla, 3 až 10 % dispergátoru a popřípadě 0 až 80 % jednoho nebo několika stabilizátorů nebo/a dalších přísad, jako penetračních činidel, adhezív, nebo prostředků proti spékání, barviv apod.

V následující části je uvedeno několik příkladů složení smáčitelných prášků:

účinná látka	50 %
lignosulfonát vápenatý (deflokulační činidlo)	5 %
isopropyl-naftalensulfonát (aniontové smáčedlo)	1 %
kysličník křemičitý proti spékání	5 %
kaolín (plnidlo)	39 %

Další příklad složení smáčitelného prášku, který obsahuje 25 % účinné látky:

účinná látka	25 %
polykondenzační produkt ethylenoxidu a alifatického aminu (s 10 až 18 atomy uhlíku)	10 %
polykondenzační produkt ethylenoxidu a alifatického alkoholu s obsahem 8 až 18 atomy uhlíku	10 %
kysličník křemičitý proti spékání	25 %
kaolín	30 %

Příklad složení 50% smáčitelného prášku:

účinná látka	50 %
alkylnaftalensulfonát sodný	2 %
methylelulóza nízké viskozity	2 %
diatomit	46 %

Příklad složení 90% smáčitelného prášku:

účinná látka	90,0 %
sodná sůl dioktysulfojantarové kyseliny	0,2 %
syntetický oxid křemičitý	9,8 %

Příklad složení 40% smáčitelného prášku:

účinná látka	400 g
lignosulfonát sodný	50 g
dibutyl-naftalensulfonát sodný	10 g
oxid křemičitý	540 g

Příklad složení 25% smáčitelného prášku:

účinná látka	250 g
isooktylfenoxypolyoxyethylen-ethanol	25 g
směs křídly (provenience Champagne) a hydroxyethylcelulózy (1:1)	17 g
křemičitan hlinitosodný	543 g
křemelina	165 g

Příklad složení 10% smáčitelného prášku:

účinná látka	100 g
směs sodných solí nasycených sulfatovaných mastných kyselin	30 g
kondenzační produkt naftalensulfonové kyseliny a formaldehydu	50 g
kaolín	820 g

K výrobě těchto smáčitelných prášků se účinná látka nebo účinné látky důkladně promísí ve vhodných zařízeních sloužících k míchání s přísadami, které mohou být impregnovány na poresním plnidle, a směs se rozele v mlýnech nebo jiných vhodných drticích zařízeních. Tímto způsobem se získají smáčitelné prášky s výhodnou smáčitelností a suspendovatelností. Tyto prášky je možno suspendovat ve vodě za vzniku suspenze jakékoli požadované koncentrace. Tato suspenze se může používat velmi výhodně zejména k aplikaci na listy rostlin.

Granule dispergovatelné ve vodě mají složení v podstatě stejné jako smáčitelné prášky. Mohou se připravovat granulací směsí popsaných pro smáčitelné prášky, buď mokrou cestou (smísením velmi jemně dispergované účinné složky s inertním plnidlem a s malým množstvím vody, například s 1 až 20 %, nebo s vodným roztokem dispergátoru nebo pojidla, vysušením a prosátím), nebo suchou cestou (slisováním, následujícím rozdrcením a prosátím).

Příklad složení granulí dispergovatelných ve vodě:

účinná složka	800 g
natriumalkylnaftalensulfonát	20 g
natriummethylen- až (naftalen)-sulfonát	80 g
kaolín	100 g

Jak již bylo uvedeno, spadají vodné disperze a emulze, například přípravky získa-

né ředěním smáčitelných prášků nebo emulgovatelných koncentrátů podle vynálezu vodou pod obecný rozsah prostředků, které se mohou používat podle předloženého vynálezu. Emulze mohou být typu voda v oleji nebo olej ve vodě a mohou mít hustou konzistenci, jako je konzistence majonézy.

Všechny tyto vodné disperze nebo emulze nebo postřikové směsi se mohou aplikovat na rostliny, které se mají hubit, v jakémkoli vhodném množství, hlavně postřikem, v množství, které se obecně pohybuje v rozsahu od 100 do 1200 litrů postřikové směsi na 1 ha.

Sloučeniny a prostředky podle vynálezu se vhodně aplikují na rostliny a zejména na plevel, které se mají hubit, když plevel má

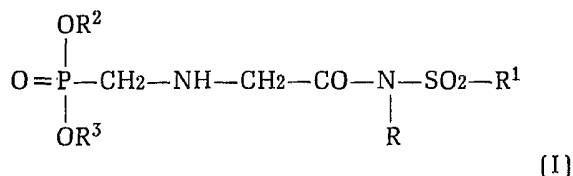
zelené listy. Jejich perzistence je nízká a je tudíž vhodné provádět ošetření tak, že se užitková plodina zasije před nebo po ošetření, avšak vzchází na povrch krátce po ošetření (2 až 3 týdny), tj. po rozkladu sloučenin podle vynálezu.

Aplikovaná dávka účinné látky činí obecně mezi 0,1 až 10 kg/ha, výhodně mezi 0,5 a 8 kg/ha.

Základní funkcí různých přísad nebo pomocných prostředků uvedených shora, je obecně usnadnění manipulace, jakož i rozptýlení sloučenin podle vynálezu. V některých případech mohou rovněž podporovat penetraci účinné látky do rostliny a mohou tudíž zvyšovat normální účinek účinných látek podle vynálezu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I



v němž

R^1 znamená alkylovou skupinu s 1 až 12 atomy uhlíku, cyklopropylovou skupinu nebo fenylovou skupinu, přičemž tyto skupiny jsou popřípadě substituovány alkylovými skupinami nebo atomy chloru nebo fluoru a obsahují celkem nejvýše 12 atomů uhlíku,

R znamená atom vodíku nebo má význam uvedený pro substituent R^1 ,

R^2 a R^3 znamenají atomy vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu, nebo její sůl upotřebitelnou v zemědělství spolu s alespoň jednou inertní nosnou látkou použitelnou v zemědělství.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, v němž

R a R^1 znamenají nezávisle na sobě alkylové skupiny s 1 až 12 atomy uhlíku, a

R^2 a R^3 znamenají atomy vodíku, společně s nosnou látkou použitelnou v zemědělství.

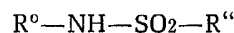
3. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I, v němž R^1 znamená alkylovou skupinu s 1 až

4 atomy uhlíku a R , R^2 a R^3 mají význam uvedený v bodě 1.

4. Prostředek podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že obsahuje 0,5 až 95 % hmotnostních účinné složky.

5. Prostředek podle bodu 4, vyznačující se tím, že obsahuje 5 až 40 % hmotnostních povrchově aktivního činidla.

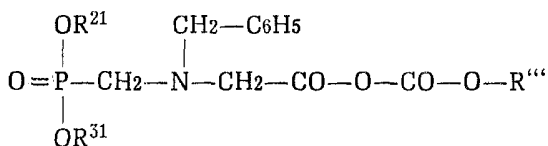
6. Způsob výroby účinné složky podle bodu 1, obecného vzorce I, vyznačující se tím, že se nechá reagovat derivát sulfonamidu obecného vzorce



v němž

R^0 má stejný význam jako substituent R s výjimkou atomu vodíku,

R'' má stejný význam jako substituent R^1 s výjimkou atomu vodíku, se smíšeným anhydridem obecného vzorce



v němž

R''' znamená alkylovou skupinu,

R^{21} má stejný význam jako substituent R^2 s výjimkou vodíku,

R^{31} má stejný význam jako substituent R^3 s výjimkou vodíku, načež se benzylová skupina odstraní hydrogenolýzou.