

FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

273 340

(11)

(13) B2

(51) Int. Cl.⁵
A 01 N 43/40

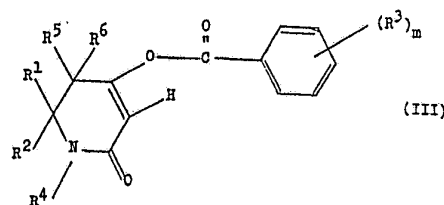
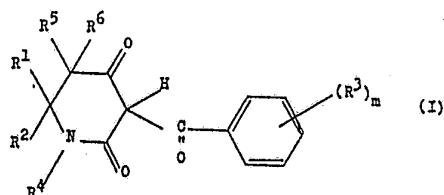
(21) PV 839-88.X
(22) Přihlášeno 10 02 88
(30) Právo přednosti od 11 02 87 (87 03068)
od 31 03 87 GB (87 07608)

(40) Zveřejněno 13 06 90
(45) Vydáno 27 01 92

(72) Autor vynálezu GEACH NEIL JONATHAN, BRENTWOOD, GILMOUR JAMES,
BARKINGSIDE, HATTON LESLIE ROY, CHELMSFORD,
(73) Majitel patentu SMITH PHILIP HENRY GAUNT, BRENTWOOD, (GB)
MAY & BAKER LIMITED, DAGENHAM (GB)

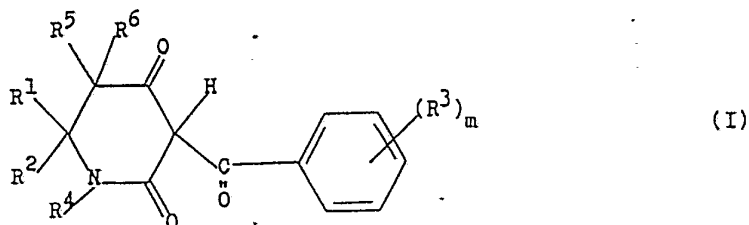
(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinných
látek

(57) Herbicidní prostředek obsahující jako účinnou látku derivát 3-benzoylpiperidin-2,4-dionu obecného vzorce I, kde R^1 je vodík, methyl, ethyl nebo trifluormethyl a R^2 je vodík, methyl, ethyl, trifluormethyl, fenyl, 3,4-difluorfenyl, 4-methylfenyl, 4-methoxyfenyl, 3-chlorfenyl, 4-methylthiofenyl, 4-methylsulfinylfenyl, 4-methylsulfonylfenyl, 2-bromfenyl, 2-methoxyfenyl nebo 4-ethoxyfenyl, nebo R^1 a R^2 společně s uhlíkovým atomem tvoří cyklohexyl, R^3 je fluor, chlor, brom, jod, nitroskupina, kyanoskupina, ethoxykarbonyl, acetyl, methyl, trifluormethyl, terc.butyl, methoxyl, trifluormethoxyl, ethoxyl, methylthioskupina nebo methylsulfonyl, m má hodnotu 0, 1, 2 nebo 3 a R^4 , R^5 a R^6 znamenají vždy vodík nebo methyl, nebo jeho zemědělsky přijatelnou sůl. Dále se popisuje způsob výroby těchto účinných látek spočívající v přesmyku sloučeniny obecného vzorce III za použití zdroje kyanidových iontů nebo v přítomnosti chloridu hlinitého či 4-(subst.amino)pyridinu a v případném převedení produktu na sůl.



Vynález popisuje deriváty 3-benzoylpiperidin-2,4-dionu, způsob jejich výroby a herbicidní prostředky obsahující zmíněné sloučeniny a jejich soli jako účinné látky.

V souladu s tím popisuje vynález nové deriváty 3-benzoylpiperidin-2,4-dionu obecného vzorce I



ve kterém

- R^1 znamená atom vodíku, methylovou skupinu, ethylovou skupinu nebo trifluormethylovou skupinu a
- R^2 představuje fenylovou skupinu, 3,4-difluorfenylovou skupinu, 4-methylfenylovou skupinu, 4-methoxyfenylovou skupinu, 3-chlorfenylovou skupinu, 4-methylthiofenylovou skupinu, 4-methylsulfinylfenylovou skupinu, 4-methylsulfonylfenylovou skupinu, 2-bromfenylovou skupinu, 2-methoxyfenylovou skupinu, 4-ethoxyfenylovou skupinu, atom vodíku, methylovou skupinu, ethylovou skupinu nebo trifluormethylovou skupinu, nebo
- R^1 a R^2 společně s uhlíkovým atomem, na který jsou navázány, tvoří cyklohexylovou skupinu,
- R^3 představuje atom fluoru, chloru, bromu či jodu, nitroskupinu, kyano skupinu, ethoxykarbonylovou skupinu, acetylovou skupinu, methylovou skupinu, trifluormethylovou skupinu, terc.butylovou skupinu, methoxy skupinu, trifluormethoxyskupinu, ethoxyskupinu, methylthioskupinu nebo methylsulfonylovou skupinu,
- m je číslo o hodnotě 0, 1, 2 nebo 3 a
- R^4 , R^5 a R^6 znamenají vždy atom vodíku nebo methylovou skupinu,

a jejich zemědělsky přijatelné soli, kteréžto sloučeniny mají cenné herbicidní vlastnosti.

Pokud m nebo n znamená celé číslo o hodnotě 2 nebo 3, mohou být pochopitelně substituenty R^3 stejné nebo rozdílné.

Dále je zřejmé, že u sloučenin obecného vzorce I dochází k tautomerii projevující se tím, že atom vodíku na uhlíkovém atomu v kruhu substituovaném benzoylovým zbytkem může přecházet na kterýkoli z kyslíkových atomů v sousedních polohách. Shora popsané formy mohou být přítomny ve větším nebo menším množství a jsou ve stavu dynamické rovnováhy. Chirální uhlíkové atomy v dalších polohách kruhu vedou ke stereoisomerii. Dále pak může v důsledku charakteru některých substituentů R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 a R^6 docházet k optické isomerii nebo/a k stereoisomerii. Všechny shora popsané formy spadají do rozsahu vynálezu.

Je třeba zdůraznit, že pokud se v tomto textu hovoří o sloučeninách obecného vzorce I, týkají se tyto odkazy tam, kde to má smysl a účel, rovněž i příslušných solí sloučenin obecného vzorce I, přičemž výhodnými solemi jsou soli rozpustné ve vodě.

Výhodnými účinnými látkami podle vynálezu jsou ty sloučeniny obecného vzorce I, v nichž substituent (R^3)_m představuje 2-chlor-, 2-trifluormethyl- nebo výhodně 2-nitro-substituent spolu s 4-trifluormethoxy-, 4-trifluormethylthio-/sulfinyl-/sulfonyl-substituentem nebo s výhodou 4-chlor-, 4-trifluormethyl- nebo 4-methylsulfonyl-substituentem a výhodně bez substituce v poloze 6 benzoylové skupiny, přičemž zvlášť výhodná je substituce v poloze 2 nitroskupinou nebo v poloze 4 chlorem a v poloze 2 nitroskupinou.

Jako herbicidy jsou zvlášť výhodné následující sloučeniny odpovídající obecnému vzorci I:

1. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
2. 3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
3. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
4. 1-methyl-3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
5. 6,6-dimethyl-3-(2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
6. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
7. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-5-methylpiperidin-2,4-dion
8. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-1-methylpiperidin-2,4-dion
9. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-methyl-6-fenylpiperidin-2,4-dion
10. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-methylpiperidin-2,4-dion
11. 3-(3,4-dichlorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
12. 3-(3-brombenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
13. 3-(2,6-dichlorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
14. 3-(5-methyl-2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
15. 3-(4-trifluormethylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
16. 3-(4-fluorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
17. 3-(2-chlorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
18. 3-(2-trifluormethylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
19. 3-(2-fluorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
20. 3-(2,4-bistrifluormethylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
21. 3-(2-brombenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
22. 3-(2-jodbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
23. 3-(2-methylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
24. 3-benzoyl-6-fenylpiperidin-2,4-dion
25. 3-(2-chlor-4-fluorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
26. 3-(4-brom-2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
27. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
28. 3-(2-methoxybenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
29. 3-(4-acetyl-2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
30. 3-(2-methylthiobenzenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
31. 3-(2-trifluormethoxybenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
32. 3-(2,3,4-trichlorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion

33. 3-(2,4,5-trichlorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
34. 3-(4-methoxy-2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
35. 3-(5-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
36. 3-(2-ethoxybenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
37. 3-(3-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
38. 3-(3-chlorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
39. 3-(3-trifluormethoxybenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
40. 3-(3-trifluormethylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
41. 3-(3-methylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
42. 3-(3-methoxybenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
43. 3-(4-terc. butylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
44. 3-(4-jodbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
45. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(3,4-difluorfenyl)piperidin-2,4-dion
46. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylfenyl)-piperidin-2,4-dion
47. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methoxyfenyl)-piperidin-2,4-dion
48. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(3-chlorfenyl)-piperidin-2,4-dion
49. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylthiofenyl)piperidin-2,4-dion
50. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylsulfinylfenyl)piperidin-2,4-dion
51. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylsulfonylfenyl)piperidin-2,4-dion
52. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(2-bromfenyl)-piperidin-2,4-dion
53. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(2-methoxyfenyl)-1-methylpiperidin-2,4-dion
54. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-ethoxyfenyl)-1-methylpiperidin-2,4-dion
55. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylthiofenyl)-1-methylpiperidin-2,4-dion
56. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-fenyl-1-methylpiperidin-2,4-dion
57. 3-(2,4-dinitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
58. 3-(5-chlor-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
59. 3-(2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
60. 3-(2-chlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion
61. 3-(3-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
62. 3-(2,4-dichlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion
63. 3-(5-methyl-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
64. 3-(2,4-bistrifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
65. 3-(2-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
66. 3-benzoylpiperidin-2,4-dion
67. 3-(3,4-dichlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion
68. 3-(2,5-dichlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion
69. 3-(2-ethoxybenzoyl)piperidin-2,4-dion
70. 3-(2,3,4-trichlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion
71. 3-(2,4,5-trichlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion

72. 3-(4-brom-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
73. 3-(4-kyan-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
74. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
75. 3-(4-fluor-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
76. 3-(2-methyl-3-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
77. 3-(2-methyl-5-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
78. 3-(2-brombenzoyl)piperidin-2,4-dion
79. 3-(2-methoxybenzoyl)piperidin-2,4-dion
80. 3-(3-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
81. 3-(3-brombenzoyl)piperidin-2,4-dion
82. 3-(3-trifluormethoxybenzoyl)piperidin-2,4-dion
83. 3-(3-methoxybenzoyl)piperidin-2,4-dion
84. 3-(3-chlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion
85. 3-(3-methylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
86. 3-(4-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
87. 3-(4-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
88. 3-(4-chlorbenzoyl)piperidin-2,4-dion
89. 3-(4-kyanbenzoyl)piperidin-2,4-dion
90. 3-(4-brombenzoyl)piperidin-2,4-dion
91. 3-(4-methylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
92. 3-(4-methoxybenzoyl)piperidin-2,4-dion
93. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-5,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
94. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6,6-pentamethylenpiperidin-2,4-dion
95. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-5,5-dimethylpiperidin-2,4-dion
96. 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-1, 5-trimethylpiperidin-2,4-dion
97. 3-(2,4-bistrifluormethylbenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
98. 3-(4-fluor-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
99. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
100. 3-(2,3,4-trichlorbenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
101. 3-(2,4,5-trichlorbenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
102. 3-(4-brom-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
103. 3-(4-methylsulfonyl-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
109. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-6-methyl-6-trifluormethylpiperidin-2,4-dion
110. 3-(4-methylsulfonyl-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
111. 6,6-dimethyl-3-(4-methoxy-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
112. 3-(4-fluor-2-trifluormethylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
113. 3-(2-chlor-4-trifluormethylbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion
114. 3-(4-karbethoxy-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
115. 3-(2-chlor-4-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion

116. 3-(4-fluor-2-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
117. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-6-methylpiperidin-2,4-dion
118. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-1,5,5-trimethylpiperidin-2,4-dion
119. 3-(4-methoxy-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
120. 3-(4-karbethoxy-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
121. 6,6-dimethyl-3-(4-methyl-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
122. 3-(4-terc.butylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
123. 3-(4,5-dichlor-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
124. 3-(4-acetyl-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
125. 3-(4-methyl-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
126. 3-(2-chlor-4-methylsulfonylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
127. 3-(4-chlor-5-methyl-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
128. 3-(2-chlor-5-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion
129. 3-(4-brom-2-methylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
130. 3-(3-brom-4-methylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
131. 3-(2-methylthiobenzoyl)piperidin-2,4-dion
132. 3-(2-methylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
133. 3-(4-jodbenzoyl)piperidin-2,4-dion
134. 3-(3,5-bistrifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
135. 3-(2-chlor-4-methylsulfonylbenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
136. 6,6-dimethyl-3-(4-fluor-2-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
137. 3-(4,5-dichlor-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
138. 3-(4-chlor-5-methyl-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
139. 3-(4-kyan-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion
140. 3-(4-methylsulfonyl-2-nitrobenzoyl)-1,5,5-trimethylpiperidin-2,4-dion
141. 5-methyl-3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
142. 5,5-dimethyl-3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-piperidin-2,4-dion
143. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-6,6-pentamethylenpiperidin-2,4-dion
144. 6-ethyl-6-methyl-3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dion
145. 6,6-diethyl-3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-piperidin-2,4-dion
146. 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-1,6,6-trimethylpiperidin-2,4-dion
147. 3-(3,5-bistrifluormethylbenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion.

Čísla 1 až 147 jsou shora uvedeným sloučeninám přiřazena pro jejich snazší identifikaci a odkazy na ně v následujícím textu.

Zvlášť zajímavými sloučeninami obecného vzorce I jsou látky č. 109 a 1 - 10, 14, 20, 23 - 27, 34, 45 - 48, 53 - 76, 81 - 83, 94 - 100, 102, 103, 110, 111, 113 a 114 - 121.

Vynález dále popisuje způsob potlačování růstu plevelů (tj. nežádoucí vegetace) na určitém místě, který spočívá v tom, že se na toto místo aplikuje herbicidně účinné množství alespoň jednoho derivátu cyklického dionu obecného vzorce I. K těmto

účelům se deriváty nikotinamidu normálně používají ve formě herbicidních prostředků (tj. v kombinaci s kompatibilními ředidly nebo nosiči vhodnými pro použití v herbicidních prostředcích), například prostředků popsaných níže.

Sloučeniny obecného vzorce I vykazují herbicidní účinnost proti dvojděložným (tj. širokolistým) a jednoděložným (například travnatým) plevelům, a to při preemergentní nebo/a postemergentní aplikaci.

Výrazem "preemergentní aplikace" se míní aplikace do půdy, v níž jsou přítomna semena nebo klíčící rostliny plevelů, před vzejitím plevelů nad povrch půdy. Výrazem "postemergentní aplikace" se míní aplikace na nadzemní části plevelů nebo na části plevelů vystavené kontaktu s herbicidem, vzešlé nad povrch půdy.

Tak například je možno používat sloučeniny obecného vzorce I k potlačování růstu širokolistých plevelů, jako jsou například:

Aethusa cynapium (tetlucha kozí pysk),
Abutilon theophrasti (abutilon),
Amaranthus retroflexus (laskavec ohnutý),
Amsinckia intermedia,
Anagallis arvensis (drchnička rolní),
Anthemis arvensis (rmen rolní),
Atriplex patula (lebeda rozkladitá),
Bidens pilosa (dvouzubec),
Brassica nigra (brukev černochořčice),
Capsella bursa-pastoris (kokoška pastuší tobolka),
Chenopodium album (merlík bílý),
Chrysanthemum segetum (kopretina osenní),
Girsium arvense (poháč rolní),
Datura stramonium (durman panenská okurka),
Desmodium tortuosum,
Emex australis,
Euphorbia helioscopia (pryšec kolovratec),
Furmaria officinalis (zemědým lékařský),
Galeopsis tetrahit (konopice napuchlá),
Galium aparine (svízel přítula),
Geranium dissectum (kakost dlanitosečný),
Ipomoea purpurea (povíjnice),
Lamium purpureum (hluchavka),
Lapsana communis (kapustka obecná),
Matricaria inodora (heřmánek nevonný),
Monochoria vaginalis,
Papaver rhoeas (mák vlčí),
Physalis lingifolia (mochyně),
Plantago lanceolata (jitrocel kopinatý),

Polygonum spec. (rdesno), například *Polygonum lapathiofolium* (rdesno blešník), *Polygonum aviculare* (rdesno ptačí), *Polygonum convolvulus* (rdesno svlačcovité) a *Polygonum persicaria* (rdesno červivec),

Portulaca oleracea (šrucha zelná),

Raphanus raphanistrum (ředkev obníc),

Rotala indica,

Rumex obtusifolius (šťovík),

Saponaria vaccaria (mydlice),

Scandix pecten-veneris (vochlíce hřebenitá),

Senecio vulgaris (starček obyčejný),

Sesbania florida,

Sida spinosa,

Silene alba (silenka),

Sinapis arvensis (hořčice rolní),

Solanum nigrum (lilek černý),

Sonchus arvensis (mléč rolní),

Spergula arvensis (kolenec rolní),

Stellaria media (ptačínek žabinec),

Thlaspi arvense (penízek rolní),

Tribulus terrestris (kotvičník zemní),

Urtica urens (kopřiva žahavka),

Veronica hederifolia (rozrazil břečťanolistý),

Veronica persica (rozrazil perský),

Viola arvensis (violka rolní) a

Xanthium strumarium (řepeň durkoman),

a travnatých plevelů, jako jsou například

Alopecurus myosuroides (psárka polní),

Apera spica-venti (chundelka metlice),

Agrostis stolonifera (psineček výběžkatý),

Avena fatua (oves hluchý),

Avena ludoviciana,

Brachiaria spec.,

Bromus sterilis (sveřep jalový),

Bromus tectorum (sveřep střešní),

Cenchrus spec.,

Cynodon dactylon (troskuť prstnatý),

Digitaria sanguinalis (rosička krvavá),

Echinochloa crus-galli (ježatka kuří noha),

Eleusina indica (eleusin),

Setaria viridis (bér zelený) a
Sorghum halepense (čirok halepský),
jakož i šáchory, například *Cyperus esculentus* (šáchor jedlý), *Cyperus iris* a *Cyperus rotundus*, a *Eleocharis acicularis*.

Aplikovaná množství sloučenin obecného vzorce I se mění v závislosti na charakteru plevelů, na použitých prostředcích, na době, kdy se aplikace provádí, na klimatických a půdních podmínkách a na povaze užitkové rostliny v případě, že se potlačuje růst plevelů v kulturách užitkových rostlin. Aplikují-li se sloučeniny podle vynálezu na plochy, kde se pěstují nebo budou pěstovat užitkové rostliny, mají se aplikovat v dávce postačující k potlačení růstu plevelů a nezpůsobující přitom významnější trvalé škody na užitkových rostlinách. S přihlédnutím k těmto faktorům se obecně dosahuje dobrých výsledků při aplikaci dávek mezi 0,01 kg a 20 kg účinné látky na hektar. Je ovšem třeba mít na zřeteli, že je možno sloučeniny podle vynálezu aplikovat i ve vyšších nebo nižších dávkách, a to v závislosti na příslušných okolnostech spojených s problematikou hubení plevelů.

Sloučeniny obecného vzorce I je možno používat k selektivnímu potlačování růstu plevelů, například k potlačování růstu výše zmíněných druhů plevelů, a to jejich preemergentní nebo postemergentní, směrovanou nebo nesměrovanou aplikací, například směrovanou nebo nesměrovanou postřikovou aplikací na místo zamořené plevellem, kterým je plocha jež se používá nebo bude používat k pěstování užitkových rostlin, například obilovin, jako jsou pšenice, ječmen, oves, kukuřice a rýže, sóji, fazolu obecného a polního, hrachu, vojtěšky, bavlníku, podzemnice olejné, lnu, cibule a trvalých či setých luk, a to před nebo po zasetí užitkové rostliny nebo před či po vzejití užitkové rostliny. K selektivnímu hubení plevelů na místech zamořených plevely, jimiž jsou plochy, které se používají nebo budou používat k pěstování užitkových rostlin, například výše zmíněných užitkových rostlin, jsou zvlášť vhodné aplikační dávky pohybující se mezi 0,01 kg a 8,0 kg, s výhodou mezi 0,01 kg a 4,0 kg sloučeniny obecného vzorce I na hektar.

Sloučeniny obecného vzorce I je možno rovněž používat k potlačování růstu plevelů, zejména plevelů uvedených výše, preemergentní nebo postemergentní aplikací v ovocných sadech a na plochách, kde se pěstují stromy, například v lesích, hájích a parcích, a na plantážích, například na plantážích třtiny, palmy olejné a kaučukovníku. K tomuto účelu je možno zmíněné látky aplikovat směrovaným nebo nesměrovaným způsobem (například směrovaným nebo nesměrovaným postřikem) na plevely nebo na půdu, na níž se očekává jejich výskyt, a to před nebo po vysazení stromů nebo plantážních rostlin, v dávkách mezi 0,25 kg a 10,0 kg, s výhodou mezi 0,5 kg a 8,0 kg účinné látky na hektar.

Sloučeniny obecného vzorce I lze rovněž používat k potlačování růstu plevelů, zejména plevelů uvedených výše, na místech, kde se užitkové rostliny nepěstují, kde je však nicméně žádoucí plevely hubit. Jako příklady takovýchto ploch lze uvést letiště, nezastavěné plochy průmyslových podniků, železnice, krajnice silnic, břehy řek, závlahových kanálů a jiných vodních cest, křovinaté porosty, úhory nebo nekultivovanou půdu. V daném případě jde zejména o plochy, na nichž je žádoucí potlačovat růst plevelů za účelem snížení nebezpečí požáru. Při použití k těmto účelům, kdy se často žádá totální herbicidní účinek se účinné látky obvykle aplikují ve vyšších dávkách než jako se používají k ošetřování ploch, na nichž se pěstují užitkové rostliny, jak je popsáno výše. Přesné dávkování závisí na povaze ošetřované vegetace a na požadovaném efektu. K danému účelu je zvlášť vhodná preemergentní nebo postemergentní aplikace, s výhodou preemergentní aplikace, směrovaným nebo nesměrovaným způsobem (například směrovaným postřikem nebo nesměrovaným postřikem), za použití aplikačních dávek pohybujících se mezi 1,0 kg a 20,0 kg, s výhodou od 5,0 kg do 10,0 kg účinné látky na hektar.

Při použití k potlačování růstu plevelů preemergentní aplikací je možno sloučeniny obecného vzorce I zapracovávat do půdy, na níž se očekává vzejití plevelů. Je pochopitelné, že používají-li se sloučeniny obecného vzorce I k potlačování růstu plevelů: postemergentní aplikací, tj. aplikací na nadzemní nebo nechráněné části vzešlých plevelů, přicházejí sloučeniny obecného vzorce I normálně rovněž do styku s půdou, kde mohou mít preemergentní účinek na později klíčící plevely nacházející se v půdě.

V případech, kdy se požaduje zvláště dlouhotrvající zničení plevelů, je možno v případě potřeby aplikaci sloučenin obecného vzorce I opakovat.

Předmětem vynálezu jsou herbicidní prostředky obsahující jeden nebo několik cyklických diolů obecného vzorce I v kombinaci s (s výhodou homogenně dispergované) jedním nebo několika kompatibilními ředidly nebo nosiči nebo/a povrchově aktivními činidly použitelnými pro přípravu herbicidních prostředků (tj. ředidly nebo nosiči nebo/a povrchově aktivními činidly, které se v daném oboru obecně používají, jsou vhodné pro použití v herbicidních prostředcích a jsou kompatibilní se sloučeninami obecného vzorce I). Výraz "homogenně dispergovaný" se používá k popisu prostředků, v nichž jsou sloučeniny obecného vzorce I rozpuštěny v dalších komponentách. Výrazem "herbicidní prostředky" se v širokém slova smyslu míní nejen preparáty vhodné k okamžitému použití jako herbicidy, ale i koncentráty, které je nutno před použitím ředit. Prostředky podle vynálezu s výhodou obsahují 0,05 až 90 % hmotnostních jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I.

Herbicidní prostředky mohou obsahovat ředidlo nebo/a nosič a povrchově aktivní činidlo (například smáčedlo, dispergátor nebo emulgátor). Povrchově aktivními činidly, která mohou být přítomna v herbicidních prostředcích podle vynálezu, mohou být povrchově aktivní činidla ionogenního nebo neinogenního typu, například sulforicínoleáty, kvarterní amoniové deriváty, produkty na bázi kondenzátů ethylenoxidu s alkyl- a polyarylfenoly, například s nonylfenoly nebo oktylfenoly, nebo estery karboxylových kyselin s anhydrosorbitoly, jejichž rozpustnost byla zjištěna etherifikací volných hydroxyskupin: kondenzací s ethylenoxidem, soli esterů kyseliny sírové a sulfonových kyselin s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin, jako jsou dinonyl- a dioktyl-natriumsulfonosukcináty, a soli derivátů sulfonové kyseliny o vysoké molekulové hmotnosti s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin, jako jsou lignosulfonáty sodné a vápenaté a kalium-alkyl-benzensulfonáty.

Herbicidní prostředky podle vynálezu mohou účelně obsahovat až do 10 %, například 0,05 až 10 % povrchově aktivního činidla, je-li to však žádoucí, mohou herbicidní prostředky podle vynálezu obsahovat i vyšší podíl povrchově aktivního činidla, například až do 15 % v kapalném emulgovatelném suspenzním koncentrátu a až do 25 % v kapalném koncentrátu rozpustném ve vodě.

Jako příklady vhodných pevných ředidel nebo nosičů lze uvést křemičitan hlinitý, mastek, oxid hořečnatý, křemelinu, terciární fosforečnan vápenatý, práškový korek, adsorbující saze a hlínky, jako kaolin a bentonit. Pevné prostředky, které mohou mít formu popraší, granulátů nebo smáčitelných prášků, se s výhodou připravují rozemletím sloučenin obecného vzorce I s pevnými ředidly nebo impregnací pevných ředidel či nosičů roztoky sloučenin obecného vzorce I v těkavých rozpouštědlech, odpařením rozpouštědel a v případě potřeby rozemletím získaných produktů na prášky. Granulované prostředky je možno připravit tak, že se sloučeniny obecného vzorce I, rozpuštěné ve vhodných, například v těkavých rozpouštědlech, adsorbují na pevná ředidla nebo nosiče v granulované formě a rozpouštědla se pak odpaří, nebo že se granulují shora popsaným postupem získané prostředky v práškové formě. Pevné herbicidní prostředky, zejména smáčitelné prášky a granuláty, mohou obsahovat smáčedla nebo dispergátory (například smáčedla nebo dispergátory shora popsaných typů), které mohou rovněž,

jsou-li pevná, sloužit jako ředidla nebo nosiče.

Kapalné prostředky podle vynálezu mohou být ve formě vodných, organických nebo vodně organických roztoků, suspenzí a emulzí, jež mohou obsahovat povrchově aktivní činidlo. Mezi vhodná kapalná ředidla pro přípravu kapalných prostředků náleží voda, glykoly, tetrahydrofurfurylalkohol, acetofenon, cyklohexanon, isoforon, toluen, xylén, minerální, živočišné a rostlinné oleje a lehké aromatické a naftenické frakce ropy, jakož i směsi těchto ředidel. Jako povrchově aktivní činidla, která mohou být přítomna v kapalných prostředcích, lze uvést ionogenní nebo neionogenní povrchově aktivní činidla (například povrchově aktivní činidla shora popsaných typů), která mohou, jsou-li kapalná, rovněž sloužit jako ředidla nebo nosiče.

Smáčitelné prášky, dispergovatelné granuláty a kapalné prostředky ve formě koncentrátů je možno ředit vodou nebo jinými vhodnými ředidly, například minerálními nebo rostlinnými oleji, zejména pak v případě kapalných koncentrátů v nichž ředidlem nebo nosičem je olej, za vzniku preparátů vhodných k okamžitému použití. Je-li to žádoucí, lze kapalná prostředky obsahující sloučeninu obecného vzorce I používat ve formě samoemulgovatelných koncentrátů obsahujících účinnou látku rozpuštěnou v emulgátorech nebo v rozpouštědlech obsahujících emulgátory kompatibilní s účinnými látkami. Pouhým přidáním vody k takovýmto koncentrátům se pak získají preparáty vhodné k okamžitému použití.

Kapalné koncentráty, v nichž ředidlem nebo nosičem je olej, lze použít bez dalšího ředění, provádí-li se aplikace za pomoci elektrostatické postřikové techniky.

Herbicidní prostředky podle vynálezu mohou popřípadě rovněž obsahovat běžné pomocné látky, jako adheziva, ochranné koloidy, zahušťovadla, penetrační činidla, stabilizátory, komplexotvorná činidla, činidla proti spékání, barviva a inhibitory koroze. Tyto pomocné látky mohou rovněž sloužit jako nosiče nebo ředidla.

Výhodnými herbicidními prostředky podle vynálezu jsou vodné suspenzní koncentráty obsahující 10 až 70 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I, 2 až 10 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla, 0,1 až 5 % (hmotnost/objem) zahušťovadla a 15 až 87,9 % objemových vody, dále smáčitelné prášky obsahující 10 až 90 % (hmotnost/hmotnost) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I, 2 až 10 % (hmotnost/hmotnost) povrchově aktivního činidla a 10 až 88 % (hmotnost/hmotnost) pevného ředidla nebo nosiče, rozpustné prášky obsahující 10 až 90 % (hmotnost/hmotnost) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I, 2 až 40 % (hmotnost/hmotnost) uhličitanu sodného a 0 až 88 % (hmotnost/hmotnost) pevného ředidla, kapalná koncentráty rozpustné ve vodě, obsahující 10 až 50 %, například 10 až 30 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I, 5 až 25 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla a 25 až 90 %, například 45 až 85 % objemových rozpouštědla mísitelného s vodou, například dimethylformamidu nebo směsi s vodou mísitelného rozpouštědla a vody, kapalná emulgovatelná suspenzní koncentráty obsahující 10 až 70 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I, 5 až 15 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla, 0,1 až 5 % (hmotnost/objem) zahušťovadla a 10 až 84,9 % objemových organického rozpouštědla, granuláty obsahující 1 až 90 %, například (hmotnost/hmotnost) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I, 0,5 až 7 %, například 0,5 až 2 % (hmotnost/hmotnost) povrchově aktivního činidla a 3 až 98,5 %, například 88 až 97,5 % (hmotnost/hmotnost) granulovaného nosiče, a emulgovatelná koncentráty obsahující 0,05 až 90 % (hmotnost/objem), s výhodou 1 až 60 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce I, 0,01 až 10 % (hmotnost/objem), s výhodou 1 až 10 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla a 9,99 až 99,94 %, s výhodou 39 až 98,99 % objemových organického rozpouštědla.

Herbicidní prostředky podle vynálezu mohou rovněž obsahovat sloučeniny obecného vzorce I v kombinaci (s výhodou homogenně dispergované) s jednou nebo několika

dalšími pesticidně účinnými sloučeninami a popřípadě s jedním nebo několika kompatibilními ředidly nebo nosiči použitelnými pro výrobu pesticidních prostředků, povrchově aktivními činidly a běžnými pomocnými látkami, jak je popsáno výše. Jako příklady dalších pesticidně účinných sloučenin, které mohou být obsaženy v herbicidních prostředcích podle vynálezu nebo které je možno používat v kombinaci s herbicidními prostředky podle vynálezu, lze uvést herbicidy sloužící například k rozšíření spektra účinnosti, jako jsou

alachlor [2-chlor-2',6'-diethyl-N-(methoxymethyl)-acetanilid],
 asulam [methyl-4-aminobenzensulfonyl)karbamát],
 alloxymid Na [sodná sůl 2-(1-allyloxymino-butyliden)-5,5-dimethyl-4-methoxykarbonyl-cyklohexan-1,3-dionu],
 atrazin [2-chlor-4-ethylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazin],
 barban [4-chlor-2-butyl-N-(3-chlorfenyl)karbamát],
 benzoylprop-ethyl [ethyl-N-benzoyl-N-(3,4-dichlorfenyl)-2-aminopropionát],
 bromxynil [3,5-dibrom-4-hydroxybenzonitril],
 butachlor [N-(butoxymethyl)-2-chlor-2',6'-diethylacetanilid],
 butylate [S-ethyl-N,N-diisobutyl(thiokarbamat)],
 carbetamide [D-N-ethyl-2-(fenylkarbamoyloxy)propionamid],
 chlorfenprop-methyl [methyl-2-chlor-3-(4-chlorfenyl)propionát],
 chlorpropham [isopropyl-N-(3-chlorfenyl)karbamát],
 chlortoluron [N'-(3-chlor-4-methylfenyl)-N,N-dimethylmočovina],
 cyanazine [2-chlor-4-(1-kyan-1-methylethylamino)-6-ethylamino-1,3,5-triazin],
 cycloate [N'-cyklohexyl-N-ethyl-S-ethyl(thiokarbamat)],
 2,4-D [2,4-dichlorfenoxycetová kyselina],
 dalapon [2,2-dichlorpropionová kyselina],
 2,4-DB [4-(2,4-dichlorfenoxy)máslaná kyselina],
 desmedipham [3-(ethoxykarbonylamino)fenyl-N-fenyl-karbamat],
 diallate [S-2,3-dichloralkyl-N,N-diisopropyl(thiokarbamat)],
 dicamba [3,6-dichlor-2-methoxybenzoová kyselina],
 dichlorprop [(±)-2-(2,4-dichlorfenoxy)propionová kyselina],
 difenzoquat [1,2-dimethyl-3,5-difenylpyrazoliové soli],
 dimefuron /4-[2-chlor-4-(3,5-dimethylureido)fenyl]-2-terc.butyl-1,3,4-oxadiazolin-5-on/,
 dinitramin [N¹,N¹-diethyl-2,6-dinitro-4-trifluormethyl-m-fenylendiamin],
 diuron [N'-(3,4-dichlorfenyl)-N,N-dimethylmočovina],
 EOTC [S-ethyl-N,N-dipropyl(thiokarbamat)],
 ethofumesate [2-ethoxy-2,3-dihydro-3,3-dimethylbenzofuran-5-yl-methylsulfonát],
 flampropisopropyl [isopropyl-(±)-2-(N-benzoyl-3-chlor-4-fluoranilino) propionát],
 flampropmethyl [methyl-(±)-2-(N-benzoyl-3-chlor-4-fluoranilino)propionát],
 fluometuron [N'-(3-trifluormethylfenyl)-N,N-dimethylmočovina],
 ioxynil [4-hydroxy-3,5-dijodbenzonitril],

isoproturon [N'-(4-isopropylfenyl)-N,N-dimethylmočovina],
 linuron [N-(3,4-dichlorfenyl)-N-methoxy-N-methylmočovina],
 MCPA [4-chlor-2-methylfenoxycetová kyselina],
 MCPB [4-(4-chlor-2-methylfenoxy)máslaná kyselina],
 mecoprop [(±)-2-(4-chlor-2-methylfenoxy)propionová kyselina],
 metamitron [4-amino-3-methyl-6-fenyl-1,2,4-triazin-5(4H)-on],
 methabenzthiazuron [N-(benzothiazol-2-yl)-N,N'-dimethylmočovina],
 metribuzin [4-amino-6-terc.butyl-3-(methylthio)-1,2,4-triazin-5(4H)-on],
 molinate [S-ethyl-N,N-hexamethylen(thiokarbamát)],
 oxadiazon [3-(2,4-dichlor-5-isopropoxyfenyl)-5-terc.butyl-1,3,4-oxadiazolin-2-on],
 paraquat [1,1'-dimethyl-4,4'-bipyridylové soli],
 pebulate [S-propyl-N-butyl-N-ethyl(thiokarbamát)],
 phenmedipham [3-(methoxykarbonylamino)fenyl-N-(3-methylfenyl)karbamát],
 prometryn [4,6-bisisopropylamino-2-methylthio-1,3,5-triazin],
 propachlor [2-chlor-N-isopropylacetanilid],
 propanol [N-(3,4-dichlorfenyl)propionamid],
 propham [isopropyl-N-fenylkarbamát],
 pyrazon [5-amino-4-chlor-2-fenylpyridazin-3(2H)-on],
 simazin [2-chlor-4,6-bisethylamino-1,3,5-triazin],
 TCA (trichloroctová kyselina),
 thiobencarb [S-(4-chlorbenzyl)-N,N-diethylthiokarbamát],
 triallate [S-2,3,3,3-trichlorallyl-N,N-diisopropyl(thiokarbamát)] a
 trifluralin [2,6-dinitro-N,N-dipropyl-4-trifluormethylanilin],

insekticidy, jako

carbaryl [1-naftyl-N-methylkarbamát],

syntetické pyrethroidy, jako permethrin a cypermethrin,

a fungicidy, jako

2,6-dimethyl-4-tridecylmorfolin,

methyl-N-(1-butylkarbamoylbenzimidazol-2-yl)karbamát,

1,2-bis(3-methoxykarbonyl-2-thioureido)benzen,

isopropyl-1-karbomoyl-3-(3,5-dichlorfenyl)hydantoin a

1-(4-chlorfenoxi)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)-butan-2-on.

Dalšími biologicky účinnými látkami, které mohou být obsaženy v herbicidních prostředcích podle vynálezu nebo které je možno používat v kombinaci s těmito prostředky, jsou regulátory růstu rostlin, například sukcinamová kyselina, (2-chlorethyl)-trimethylamoniumchlorid a 2-chlorethanfosfonová kyselina, nebo průmyslová hnojiva, například hnojiva obsahující dusík, draslík a fosfor, a stopové prvky, o nichž je známo, že jsou nezbytné k úspěšnému vývoji rostlin, jako například železo, hořčík, zinek, mangan, kobalt a měď.

Pesticidně účinné látky a další biologicky aktivní materiály, které je možno přidávat do herbicidních prostředků podle vynálezu nebo používat v kombinaci s herbicidními prostředky podle vynálezu, jako například shora zmíněné látky, se v případě, že mají kyselý charakter, mohou popřípadě používat ve formě obvyklých derivátů, například solí s alkalickými kovy, solí s aminy a esterů.

Vynález rovněž zahrnuje výrobky na bázi alespoň jednoho z cyklických dionů obecného vzorce I, nebo výhodně shora popsaného herbicidního prostředku, zejména herbicidního koncentrátu, který je nutno před použitím ředit, obsahující alespoň jeden cyklický dion obecného vzorce I nebo shora zmíněný herbicidní prostředek v zásobníku nebo obalu opatřené instrukcemi popisujícími způsob, jakým se má shora zmíněný derivát nebo deriváty obecného vzorce I, popřípadě herbicidní prostředek tyto látky obsahující, použít k potlačení růstu plevelů. Shora zmíněnými obaly mohou být obaly běžně používané na skladování chemických látek pevných při okolní teplotě a herbicidních prostředků, zejména ve formě koncentrátů, například plechovky a kovové sudy, které mohou být popřípadě opatřeny vnitřním nátěrem, a nádoby z plastických hmot, skleněné láhve a láhve z plastických hmot a dále v případě, že obsah je pevný, jako je tomu například v případě granulovaných herbicidních prostředků, krabice, například lepenkové krabice, krabice z plastických hmot a kovové krabice, nebo pytle. Tyto obaly mají být normálně dostatečně velké k tomu, aby se do nich vešlo množství cyklického dionu nebo herbicidního prostředku, postačující k ošetření alespoň zhruba 40 arů pozemků, pokud jde o potlačení růstu plevelů, jejich velikost však nemá přesáhnout rozměry vhodné pro běžnou manipulaci.

Instrukce, kterými jsou tyto obaly opatřeny, mohou být na obalech přímo natištěny nebo mohou být obaly opatřeny nálepkou či visačkou s těmito instrukcemi. Zmíněné návody obvykle uvádějí, že obsah obalu, v případě potřeby po zředění, se aplikuje k potlačení růstu plevelů v aplikačních dávkách mezi 0,01 kg a 20 kg účinné látky na hektar, a to způsobem a k účelům popsaným výše.

V následující části jsou uvedeny výsledky testů herbicidní účinnosti reprezentativních sloučenin obecného vzorce I.

Test účinnosti na hubení plevelů

(a) Obecný postup

Příslušná množství testovaných sloučenin č. 1 až 123 se rozpustí v acetonu na roztoky odpovídající aplikačním dávkám 1000 g testované sloučeniny na hektar (kromě sloučeniny č. 4, která se aplikuje v dávce 2000 g/ha). Tyto roztoky se aplikují pomocí standardního laboratorního zařízení pro aplikaci herbicidů postřikem, za použití ploché vějířové trysky pohybující se rychlostí 2,9 km/h, v dávce odpovídající 540 litrům postřikové kapaliny na hektar.

(b) Hubení plevelů - preemergentní aplikace

Semena plevelů se zasijí na povrch kompostovky John Innes č. 1 (7 objemových dílů sterilizované hlíny, 3 objemové díly rašeliny a 2 objemové díly jemně drceného štěrku), předložené ve čtverhranných miskách z plastické hmoty (70 x 70 mm, hloubka 75 mm). Dávky semen na jednotlivé misky jsou uvedeny v následujícím přehledu:

druh plevelu	kódové označení	přibližný počet semen na misku
1) širokolisté plevely		
<i>Abutilon theophrasti</i>	At	10
<i>Sinapis arvensis</i>	Sa	20
<i>Chenopodium album</i>	Ca	60
<i>Ipomoea purpurea</i>	Ip	10
2) travnaté plevely		
<i>Avena fatua</i>	Af	15
<i>Echinochloa crus-galli</i>	Ec	20
3) šáchorovité		
<i>Cyperus esculentus</i>	Ce	3

Testované sloučeniny se aplikují na nezakrytá semena (viz shora uvedený odstavec (a)) a po postřiku se semena pokryjí 25 ml ostrého písku. Pro každé ošetření a pro každý druh plevelu se používá jedna miska, přičemž se dále provádějí kontrolní pokusy s neošetřenými miskami a kontrolní pokusy s miskami ošetřenými pouze samotným acetonem. Po provedeném ošetření se misky udržují ve skleníku, kde se zavlažují zaléváním. Za 17 až 20 dnů po postřiku se vizuálně vyhodnotí účinnost proti plevelům. Zjištěné výsledky se vyjadřují v procentech potlačení růstu nebo zničení plevelů v porovnání se stavem neošetřených kontrolních rostlin. Zjištěné výsledky jsou uvedeny níže.

(c) Hubení plevelů - postemergentní aplikace

Jednotlivé druhy plevelů se předpěstují a pak se přesazují do kompostovky John Innes č. 1, předložené v miskách z plastické hmoty (70 x 70 mm, hloubka 75 mm), s výjimkou ovsa hluchého (*Avena fatua*), který se nepřesazuje, ale přímo se vysévá do misek, v nichž se test provádí. Rostliny se pak pěstují ve skleníku až do doby, kdy je lze ošetřovat postřikem testovanými sloučeninami. Počet rostlin na misku a růstová stadia rostlin v době postřiku jsou uvedeny v následujícím přehledu:

druh plevelu	kódové označení	počet rostlin na misku	růstové stadium v době postřiku
1) širokolisté plevely			
<i>Abutilon theophrasti</i>	At	3	1 až 2 listy
<i>Sinapis arvensis</i>	Sa	4	2 listy
<i>Chenopodium album</i>	Ca	4	2 až 4 listy
<i>Ipomoea purpurea</i>	Ip	3	1 až 2 listy

druh plevelu	kódové označení	počet rostlin na misku	růstové stadium v době postřiku
2) travnaté plevely			
Avena fatua	Af	15	1 až 2 listy
Echinochloa crus-galli	Ec	4	2 až 3 listy
3) šáchorovité			
Cyperus esculentus	Ce	3	3 listy

Testované sloučeniny se na rostliny aplikují způsobem popsaným výše v odstavci (a). Pro každé ošetření a pro každý druh plevelu se používá jedna miska, přičemž se provádějí rovněž kontrolní pokusy s neošetřenými miskami a kontrolní pokusy s miskami ošetřenými pouze samotným acetonem. Po postřiku se misky zalévají (počínaje 24 hodiny po postřiku). Vyhodnocení účinku na růst plevelů se provádí vizuálně za 17 až 20 dnů po postřiku. Zjištěné výsledky se vyjadřují v procentech potlačení růstu nebo zničení plevelů v porovnání se stavem neošetřených kontrolních rostlin. Zjištěné výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

T a b u l k a

potlačení růstu v % při															
účinná látka	postemergentní aplikaci							preemergentní aplikaci							
	Č.	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce
1		100	100	100	100	100	100	90	100	100	100	80	100	100	100
2		100	80	100	60	30	100	50	60	60	50	20	0	100	80
3		100	100	100	100	20	70	50	100	100	100	70	20	40	50
4		100	100	90	70	100	100	70	100	100	90	20	100	100	60
5		100	90	100	80	80	90	50	90	10	40	10	50	60	50
6		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	80	100	100	100
7		100	100	60	70	90	80	90	100	50	90	40	100	100	100
8		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	60	100	100	100
9		100	100	100	100	40	50	60	70	30	10	30	20	40	70
10		100	100	90	60	60	100	100	100	90	100	70	50	100	100
11		10	100	40	100	30	20	0	0	0	100	0	0	0	0
12		40	90	40	100	50	70	0	0	0	20	0	0	0	0
13		0	0	0	60	20	0	0	0	100	30	100	0	0	0
14		100	100	90	50	10	50	50	80	20	30	30	50	0	70
15		70	100	70	80	10	20	40	40	60	80	50	0	30	70
16		70	40	30	30	10	50	40	30	20	0	20	10	30	20

potlačení růstu v % při															
účinná látka	postemergentní aplikaci							preemergentní aplikaci							
	Č.	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce
17		90	60	60	60	20	40	30	50	30	10	0	0	50	40
18		70	20	10	40	0	70	0	100	10	50	10	100	30	0
19		60	80	70	60	0	50	40	0	0	0	0	10	10	0
20		100	90	90	90	10	10	30	100	90	70	40	10	20	30
21		60	60	40	0	0	0	0	90	0	0	0	0	0	0
22		90	30	50	70	10	40	50	30	20	0	30	0	40	30
23		100	40	50	90	10	70	40	0	20	0	20	0	50	30
24		100	70	70	80	10	60	70	20	0	10	0	10	40	20
25		100	80	100	90	10	70	60	70	100	80	20	0	80	70
26		100	100	100	100	10	30	80	100	100	90	80	0	30	80
27		100	100	100	100	20	70	80	100	100	100	80	0	50	80
28		60	30	50	60	10	40	20	10	0	0	10	0	0	10
29		100	100	100	100	20	0	0	70	10	0	50	90	0	0
30		90	100	90	100	0	30	10	0	0	0	0	0	50	50
31		30	60	0	20	10	50	20	10	0	10	10	0	50	10
32		50	70	50	70	10	10	0	90	50	80	70	50	70	10
33		70	60	60	80	10	10	20	70	20	40	50	20	0	0
34		100	100	100	90	10	80	80	100	90	100	80	10	90	70
35		60	50	30	30	30	20	40	70	20	0	0	0	20	20
36		70	50	60	80	20	60	30	50	0	0	10	0	10	0
37		0	50	10	20	50	30	0	0	0	30	0	0	10	0
38		10	40	10	20	70	40	0	0	0	10	0	50	50	0
39		0	40	0	0	10	10	0	0	0	0	0	0	0	50
40		10	100	30	40	30	40	0	50	50	50	70	10	0	0
41		0	20	30	30	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
42		60	20	70	20	30	70	20	0	0	0	0	0	0	0
43		20	20	30	20	0	10	0	0	10	10	20	0	0	0
44		50	50	70	40	10	10	20	30	30	0	30	0	10	0
45		100	100	100	90	40	30	20	10	20	30	40	0	10	20
47		100	90	90	90	30	30	70	80	20	20	40	10	10	70
48		100	100	100	100	10	10	60	90	100	50	90	0	0	10
49		60	60	90	70	30	20	10	40	50	0	30	0	20	50
50		10	30	30	20	20	0	20	50	50	20	60	0	0	40
51		30	100	20	30	30	20	0	0	100	0	0	0	0	10
52		100	70	60	70	0	0	0	30	90	0	20	0	0	0

potlačení růstu v % při															
účinná látka	postemergentní aplikaci							preemergentní aplikaci							
	Č.	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce
53		100	60	100	60	10	40	40	100	50	60	10	0	30	10
54		100	70	100	60	20	50	40	100	30	90	50	0	20	70
55		100	100	100	70	80	70	60	60	10	10	30	50	70	40
56		100	100	100	100	80	90	80	100	100	100	70	60	90	50
57		100	100	100	60	30	30	10	100	0	0	0	0	10	0
58		100	60	100	90	30	20	20	100	80	90	0	0	10	30
59		100	80	100	90	90	20	40	100	100	70	0	80	40	40
60		100	100	90	100	50	30	10	30	10	10	10	10	30	0
61		100	60	90	80	10	40	50	0	20	10	30	0	50	30
62		100	90	80	90	80	90	80	100	20	100	30	50	80	80
63		100	80	100	100	80	40	70	100	50	90	50	70	90	100
64		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	80	30	100	100
65		100	70	100	90	50	10	40	70	0	0	10	10	10	10
66		100	50	90	50	40	60	30	50	50	50	10	0	50	40
67		100	70	100	70	30	90	50	70	40	50	0	10	70	40
68		100	90	100	60	50	20	40	100	40	70	20	0	10	0
69		100	50	90	60	20	30	30	50	90	50	20	0	10	0
70		100	100	100	90	60	90	90	100	100	100	70	60	100	100
71		100	80	100	90	60	50	40	90	0	100	10	0	10	20
72		100	100	100	100	100	100	90	100	100	100	100	90	100	100
73		100	100	100	100	90	90	90	100	90	90	70	80	100	100
74		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
75		100	100	100	100	100	100	90	100	70	100	100	100	100	100
76		100	90	100	80	70	50	60	100	10	90	30	70	80	80
77		60	70	100	90	70	60	50	70	30	60	10	20	40	40
78		10	20	80	70	40	0	10	60	20	0	10	0	10	0
79		90	40	50	50	40	20	40	40	20	0	0	0	0	10
80		10	50	80	50	0	20	10	0		0	0	0	10	0
81		100	30	70	80	10	70	40	30	50	20	30	0	40	50
82		100	60	60	40	10	80	30	70	10	70	0	50	90	50
83		100	100	70	70	40	100	70	90	20	50	80	0	100	80
84		70	50	70	30	10	80	40	50	10	50	0	0	10	10
85		80	60	90	70	70	100	70	80	40	70	10	10	100	80
86		80	40	70	20	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0
87		90	70	100	80	10	40	50	30	10	70	0	10	50	20

potlačení růstu v % při														
účinná látka č.	postemergentní aplikaci							preemergentní aplikaci						
	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce	Ca	Sa	At	Ip	Af	Ec	Ce
88	60	50	80	90	30	70	30	60	0	10	0	0	80	0
89	70	100	60	20	0	50	30	100	0	50	0	0	90	30
90	90	70	50	80	10	60	50	10	0	0	0	0	20	50
91	60	40	50	50	30	50	10	0	0	0	0	0	50	10
92	50	60	60	70	20	20	10	10	0	0	0	10	20	20
93	30	50	10	10	50	40	0	0	0	0	10	0	0	0
94	100	90	90	60	10	30	10	90	10	90	0	0	50	50
95	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	80	100	100	100
96	100	100	100	100	100	100	90	100	100	100	80	100	100	100
97	100	100	100	90	50	90	90	100	70	100	30	30	100	100
98	100	100	100	80	100	100	80	100	70	100	70	100	100	90
99	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
100	100	100	90	80	70	90	80	100	100	100	30	20	100	80
101	70	70	70	50	30	50	70	90	30	100	10	20	10	60
102	100	100	100	80	90	100	80	100	100	100	80	80	100	100
103	100	100	100	100	70	100	80	100	100	100	80	30	90	100
109	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
110	100	100	100	100	100	100	90	100	100	100	100	80	100	100
111	100	100	100	80	40	100	80	100	80	100	50	0	100	90
112	90	70	90	50	20	90	40	90	30	70	30	0	80	30
113	100	90	100	100	40	60	70	100	80	100	80	20	60	40
114	100	100	100	30	20	50	80	100	90	100	40	20	30	90
115	100	100	100	90	100	100	100	100	100	100	80	100	100	100
116	100	90	100	90	90	60	60	100	70	80	40	100	90	80
117	100	100	100	100	70	100	80	100	100	100	70	60	100	100
118	100	100	100	100	100	100	80	100	100	100	100	100	100	100
119	100	100	100	100	70	100	70	100	90	100	80	60	100	100
120	100	60	80	70	10	20	60	100	50	100	10	10	30	70
121	100	80	70	70	10	100	60	100	70	90	30	10	100	90
122	40	30	40	50	10	50	10	40	0	10	10	0	20	40
123	40	20	10	40	0	20	20	20	0	0	0	0	10	30

Následující příklady ilustrují herbicidní prostředky podle vynálezu.

Příklad 1

Z níže uvedených složek se připraví smáčitelný prášek:

3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion	50 % (hmotnost/hmotnost)
Ethylan BCP (kondenzační produkt nonylfenolu a ethylenoxidu obsahující 9 mol ethylenoxidu na každý mol fenolu)	5 % (hmotnost/hmotnost)
Aerosil (oxid křemičitý s velejemnými částicemi)	5 % (hmotnost/hmotnost)
Celite PF (nosič na bázi syntetického křemičitanu hořečnatého)	40 % (hmotnost/hmotnost)

Shora uvedený prostředek se připraví tak, že se Ethylan BCP adsorbuje na Aerosil, smísí se s dalšími složkami a směs se rozemílá v kladivovém mlýnu na smáčitelný prášek.

Obdobné smáčitelné prášky je možno připravit shora popsaným způsobem za použití jiných sloučenin obecného vzorce I namísto 3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dionu.

Příklad 2

Z níže uvedených složek se připraví vodný suspenzní koncentrát:

3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion	50 % (hmotnost/objem)
Ethylan BCP	1,0 % (hmotnost/objem)
Sopropo T 36 (sodná sůl polykarboxylové kyseliny)	0,2 % (hmotnost/objem)
ethylenglykol	5 % (hmotnost/objem)
Rhodigel 23 (xantanové zahušťovadlo)	0,15 % (hmotnost/objem)
destilovaná voda	do 100 % objemových

Shora uvedený prostředek se připraví tak, že se výše zmíněné složky smísí a směs se rozemílá 24 hodiny v kulovém mlýnu.

Shora popsaným způsobem je možno připravit obdobné vodné koncentráty tak, že se 3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion nahradí jinými sloučeninami obecného vzorce I.

Příklad 3

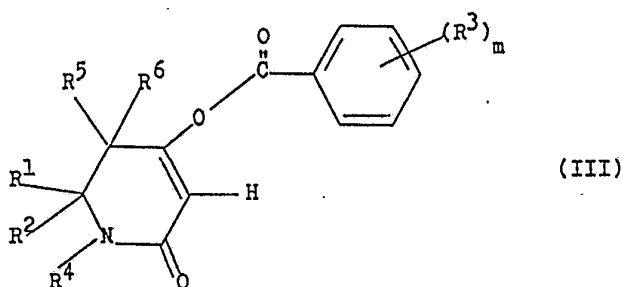
Z následujících složek se připraví rozpustný prášek:

3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion	60 % (hmotnost/hmotnost)
uhličitan sodný	40 % (hmotnost/hmotnost)

Shora uvedené složky se smísí a směs se rozemele v kladivovém mlýnu na rozpustný prášek.

Shora uvedeným postupem je možno připravit obdobné rozpustné prášky náhradou 3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dionu jinými sloučeninami obecného vzorce I.

Kromě shora popsaného prostředku je předmětem vynálezu rovněž způsob výroby sloučenin obecného vzorce I, který spočívá v přesmyku sloučeniny obecného vzorce III



vyrobené popřípadě in situ. Přesmyk se provádí za použití zdroje kyanidových iontů nebo v přítomnosti chloridu hlinitého nebo 4-(subst.amino)pyridinu, například 4-dimethylaminopyridinu.

Zdrojem kyanidových iontů může být acetonkyandhydrin, kyanovodík, trimethylsilylkyanid nebo kyanid zinečnatý v přítomnosti triethylaminu v inertním organickém rozpouštědle, jako v dichlormethanu nebo acetonitrilu.

Přesmyk za použití chloridu hlinitého je možno provádět v inertním organickém rozpouštědle, jako v 1,2-dichlorethanu, při teplotě místnosti.

Přesmyk za použití 4-(subst.amino)pyridinu je možno provádět v inertním organickém rozpouštědle, jako v toluenu, za varu reakční směsi pod zpětným chladičem.

Jinak je možno sloučeniny obecného vzorce I připravit rovněž tak, že se sloučenina obecného vzorce II



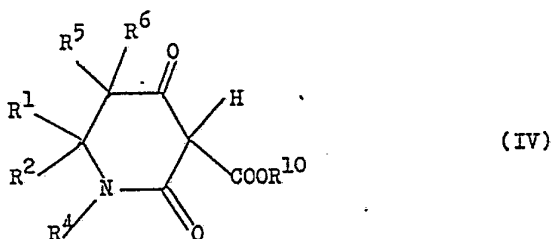
nechá reagovat s příslušnou benzoovou kyselinou nebo jejím reaktivním derivátem, například s benzoylkyanidem, chloridem či anhydridem benzoové kyseliny nebo například s aromatickým heterocyklem substituovaným na dusíku příslušným benzoylovým zbytkem, jako s N-benzoylimidazolem.

Reakce sloučeniny obecného vzorce II s benzoylkyanidem nebo N-benzoylimidazolem se obecně provádí v přítomnosti chloridu zinečnatého a triethylaminu v inertním organickém rozpouštědle, jako v dichlormethanu.

Reakce sloučeniny obecného vzorce II s benzoovou kyselinou nebo benzoylchloridem se obecně provádí v přítomnosti diethyl-kyanfosfátu a triethylaminu v inertním organickém rozpouštědle, jako v dimethylformamidu, nebo v přítomnosti 1,5-diazabicyklo [5,4,0]undec-5-enu v inertním organickém rozpouštědle, jako v toluenu, za varu reakční směsi pod zpětným chladičem.

Výchozí látky obecného vzorce III, používané při práci způsobem podle vynálezu, lze získat benzoylací sloučenin obecného vzorce II odpovídajícího benzoylhalogenidem.

Sloučeniny obecného vzorce II je možno připravit hydrolýzou a dekarboxylací sloučeniny obecného vzorce IV

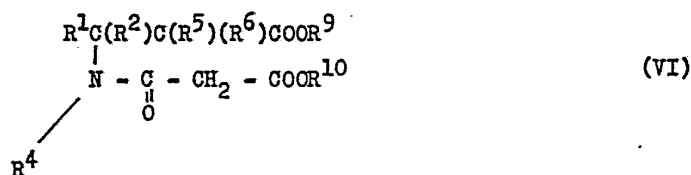


nebo reakcí sloučeniny obecného vzorce V



s diketenem.

Sloučeniny obecného vzorce IV je možno připravit cyklizací sloučeniny obecného vzorce VI



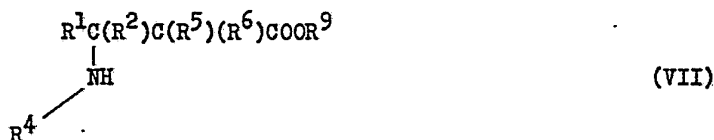
ve kterém

R^9 znamená přímou nebo rozvětvenou alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku,
 R^{10} představuje přímou nebo rozvětvenou alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku a

zbývající obecné symboly mají shora uvedený význam.

Tuto reakci je možno uskutečnit v přítomnosti alkoxidu alkalického kovu v odpovídajícím alkoholu, například v přítomnosti ethoxidu sodného v ethanolu.

Sloučeniny obecného vzorce VI lze připravit reakcí sloučeniny obecného vzorce VII



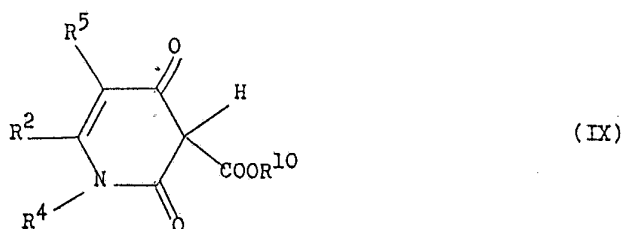
s kyselinou obecného vzorce VIII



nebo s reaktivním derivátem této kyseliny, například s halogenidem kyseliny, nebo reakcí odpovídající hydroxysloučeniny s acylnitrilem.

Sloučeniny obecného vzorce VII, v němž R^2 znamená fenylovou skupinu a R^4 představuje methylovou skupinu, je možno připravit hydrogenací N-methyl-3-fenylisoxazolidin-3-onu.

Sloučeniny obecného vzorce IV, ve kterém R^1 a R^6 představují atomy vodíku, lze rovněž připravit katalytickou hydrogenací sloučeniny obecného vzorce IX



za použití například oxidu platičitého nebo paladia na uhlí.

Sloučeniny obecného vzorce IX je možno připravit obdobným postupem, jaký byl popsán výše pro přípravu sloučenin obecného vzorce IV.

Zemědělsky přijatelné soli sloučenin obecného vzorce I se připravují o sobě známými metodami.

Oborníkům je zřejmé, že při provádění shora popsaných postupů podle vynálezu může být žádoucí zavádět do reakčních složek chemické chránicí skupiny, aby nedocházelo k vedlejším reakcím. Zavádění těchto chránicích skupin, stejně jako jejich následné odštěpování, se provádí o sobě známými metodami.

Přípravu sloučenin podle vynálezu ilustrují následující příklady provedení a referenční příklady. Těmito příklady se ovšem rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje.

Příklad 4

Sloučenina 1

Kmíchanému roztoku 2,8 g 6,6-dimethylpiperidin-2,4-dionu a 2,8 ml triethylaminu v 50 ml suchého dichlormethanu se při teplotě 5 až 10 °C přidá roztok 4,4 g 4-chlor-2-nitrobenzoylchloridu. V 5 ml suchého dichlormethanu a směs se při teplotě místnosti 18 hodin míchá. K výslednému roztoku se postupně přidá 8,4 ml triethylaminu a 0,4 ml acetonkyanhydrinu a výsledná směs se 4 hodiny míchá při teplotě místnosti. Reakční roztok se postupně promyje 25 ml 2N kyseliny chlorovodíkové a třikrát vždy 25 ml vody, vysuší se síranem sodným a odpaří se za sníženého tlaku za vzniku žlutého pevného materiálu, který po překrystalování z acetonitrilu poskytne 4 g 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dionu ve formě žluté krystalické látky o teplotě tání 162 až 162,5 °C.

Příklad 5

Sloučeniny 2 až 5

K míchanému roztoku 7,5 g 5,6-dihydro-4-(2-nitrobenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-onu a 6,7 g triethylaminu ve 100 ml suchého dichlormethanu se přidá 0,5 ml aceton-kyanhydrinu a směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční roztok se postupně promyje 25 ml 2N kyseliny chlorovodíkové a třikrát vždy 25 ml vody, načež se extrahuje čtyřikrát vždy 50 ml 5 % (hmotnost/objem) vodného roztoku uhličitanu sodného. Spojené extrakty se okyselí koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou a kyselý roztok se extrahuje třikrát vždy 75 ml dichlormethanu. Spojené extrakty se promyjí třikrát vždy 50 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku na hnědý pevný zbytek, který po překrystalování ze 40 ml směsi toluenu a hexanu (7 : 1) poskytne 4,7 g 3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dionu ve formě lososově zbarvené krystalické látky o teplotě tání 146 až 150 °C.

Postupuje se analogickým způsobem jako výše s tím, že se namísto 5,6-dihydro-4-(2-nitrobenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-onu použije 5,6-dihydro-4-(4-chlor-2-nitrobenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-onu. Získá se 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion, který po překrystalování ze 42 ml směsi tetrachlormethanu a hexanu (20 : 1) rezultuje ve formě nahnědlých krystalů o teplotě tání 91 až 94 °C.

Analogickým způsobem se náhradou 5,6-dihydro-4-(2-nitrobenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-onu 5,6-dihydro-4-(2-nitrobenzoyloxy)-1-methyl-6-fenylpyridin-2(1H)-onem připraví 1-methyl-3-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dion, který po překrystalování z 10 ml směsi toluenu a hexanu (4 : 1) rezultuje ve formě žlutohnědé krystalické látky o teplotě tání 144 až 146 °C.

Analogickým způsobem se náhradou 5,6-dihydro-4-(2-nitrobenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-onu 5,6-dihydro-6,6-dimethyl-4-(2-nitrobenzoyloxy)pyridin-2(1H)-onem připraví 6,6-dimethyl-3-(2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion, který po překrystalování z 25 ml směsi stejných dílů toluenu a hexanu rezultuje ve formě krémově zbarvené krystalické látky o teplotě tání 190 až 191 °C.

Referenční příklad 1

K míchanému roztoku 4,9 g 2-nitrobenzoylchloridu a 5 g 6-fenylpiperidin-2,4-dionu ve 100 ml suchého dichlormethanu se při teplotě 0 až 5 °C přidá 3,4 ml triethylaminu a směs se 3,5 hodiny míchá při teplotě místnosti. Reakční roztok se postupně promyje 25 ml 2N kyseliny chlorovodíkové, dvakrát vždy 25 ml vody, 25 ml 5 % (hmotnost/objem) vodného roztoku uhličitanu sodného a třikrát vždy 25 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Světle žlutý pevný odparek poskytne po překrystalování z 20 ml směsi ethylacetátu a hexanu (4 : 1) 4,8 g 5,6-dihydro-4-(2-nitrobenzoyl)-6-fenylpyridin-2(1H)-onu ve formě nažloutlých krystalů o teplotě tání 139 až 141 °C.

Analogickým postupem se náhradou 2-nitrobenzoylchloridu 4-chlor-2-nitrobenzoylchloridem připraví 5,6-dihydro-4-(4-chlor-2-nitrobenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-on ve formě světle žluté krystalické látky tající po překrystalování z 5 ml směsi tetrachlormethanu a hexanu (8 : 1) při 116 až 118 °C.

Analogickým postupem se náhradou 6-fenylpiperidin-2,4-dionu 1-methyl-6-fenylpiperidin-2,4-dionem připraví 5,6-dihydro-4-(2-nitrobenzoyloxy)-1-methyl-6-fenylpyridin-2(1H)-on ve formě tmavě hnědé pryskyřičnaté látky.

Analogickým postupem se náhradou 6-fenylpiperidin-2,4-dionu 6,6-dimethylpiperidin-2,4-dionem připraví 5,6-dihydro-6,6-dimethyl-4-(2-nitrobenzoyloxy)pyridin-2(1H)-on

ve formě světle hnědých krystalů tajících po překrystalování ze 30 ml směsi toluenu a hexanu (5 : 1) při 141 až 142,5 °C.

Příklad 6

Sloučeniny 6, 7, 9 a 10

K roztoku 3,0 g piperidin-2,4-dionu a 5,5 ml triethylaminu ve 100 ml suchého dichlormethanu se za míchání během 5 minut přidá roztok 5,8 g 4-chlor-2-nitrobenzoylchloridu v 10 ml suchého dichlormethanu. Směs se 3 hodiny míchá při teplotě místnosti, pak se k ní přidá 0,5 ml acetonkyanhydrinu a výsledná směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční roztok se postupně promyje 50 ml 2N kyseliny chlorovodíkové a dvakrát vždy 100 ml vody, vysuší se síranem sodným a odpaří se za sníženého tlaku. Pevný zbytek poskytne po překrystalování ze 70 ml ethylacetátu 1,6 g 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dionu ve formě nahnědlé krystalické látky o teplotě tání 161 až 164 °C.

Piperidin-2,4-dion, používaný jako výchozí materiál, je známý [viz S. Toda a spol., J. Antibiotics XXXIII, 173 (1980)].

Analogickým postupem se náhradou piperidin-2,4-dionu 5-methylpiperidin-2,4-dionem připraví 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-5-methylpiperidin-2,4-dion ve formě žluté krystalické látky tající po překrystalování z toluenu při 156 až 158 °C.

Analogickým postupem se náhradou piperidin-2,4-dionu 1-methylpiperidin-2,4-dionem připraví 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-1-methylpiperidin-2,4-dion ve formě červenavě hnědé krystalické látky tající po překrystalování ze směsi ethylacetátu a hexanu při 143 až 144 °C.

Analogickým postupem se náhradou piperidin-2,4-dionu 6-methyl-6-fenylpiperidin-2,4-dionem připraví 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-methyl-6-fenylpiperidin-2,4-dion ve formě krémově zbarvené krystalické látky tající po překrystalování ze směsi stejných dílů toluenu a hexanu při 158 až 159 °C.

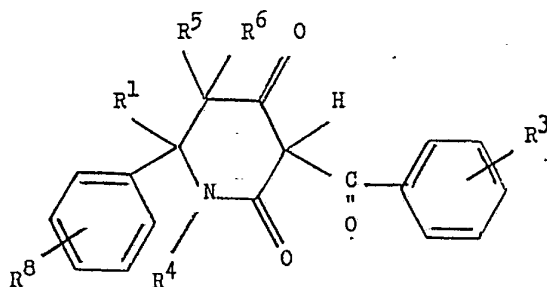
Analogickým postupem se náhradou piperidin-2,4-dionu 6-methylpiperidin-2,4-dionem připraví 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-methylpiperidin-2,4-dion ve formě žluté krystalické látky tající po překrystalování ze směsi stejných dílů ethylacetátu a hexanu při 170 až 172 °C.

Příklad 7

Sloučeniny 11 až 18, 20 až 49, 52 až 65, 68 až 86, 88 až 103 a 110 až 147

Analogickým postupem jako v příkladu 6 se připraví sloučeniny uvedené v následujících tabulkách I a II.

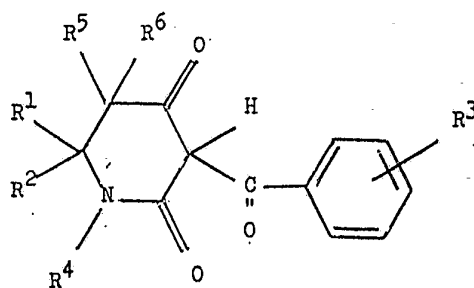
Tabulka I



sloučenina číslo	R ¹	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁸	teplota tání (°C)
11	H	3,4-Cl ₂	H	H	H	H	166-167
12	H	3-Br	H	H	H	H	126-127
13	H	2,6-Cl ₂	H	H	H	H	180,5-181,5
14	H	2-NO ₂ -5-CH ₃	H	H	H	H	161-163
15	H	4-CF ₃	H	H	H	H	197-199
16	H	4-F	H	H	H	H	172-173
17	H	2-Cl	H	H	H	H	139-142
18	H	2-CF ₃	H	H	H	H	149,5-151
20	H	2,4-bisCF ₃	H	H	H	H	78-80
21	H	2-Br	H	H	H	H	143-145
22	H	2-I	H	H	H	H	158-160
23	H	2-CH ₃	H	H	H	H	151-152
24	H	H	H	H	H	H	198-200
25	H	2-Cl-4-F	H	H	H	H	130-131
26	H	2-NO ₂ -4-Br	H	H	H	H	olej
27	H	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	H	H	H	130-131
28	H	2-OCH ₃	H	H	H	H	olej
29	H	2-NO ₂ -4-CH ₃ CO	H	H	H	H	178-179
30	H	2-SCH ₃	H	H	H	H	olej
31	H	2-OCF ₃	H	H	H	H	114-115
32	H	2,3,4-Cl ₃	H	H	H	H	97 - 98
33	H	2,4,5-Cl ₃	H	H	H	H	olej
34	H	2-NO ₂ -4-OCH ₃	H	H	H	H	152-153
35	H	2-NO ₂ -5-Cl	H	H	H	H	168-169
36	H	3-OC ₂ H ₅	H	H	H	H	66-67,5
37	H	3-NO ₂	H	H	H	H	140-141,5
38	H	3-Cl	H	H	H	H	141,5-143

sloučenina číslo	R ¹	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁸	teplota tání (°C)
39	H	3-OCF ₃	H	H	H	H	130-131
40	H	3-CF ₃	H	H	H	H	138,5-140
41	H	3-CH ₃	H	H	H	H	146,5-147,5
42	H	3-OCH ₃	H	H	H	H	132-134
43	H	4-terc.C ₄ H ₉	H	H	H	H	170,5-172,5
44	H	4-I	H	H	H	H	212-214
45	H	2-NO ₂ -4-Cl	H	H	H	3,4-F ₂	86-89
46	H	2-NO ₂ -4-Cl	H	H	H	4-CH ₃	66-69
47	H	2-NO ₂ -4-Cl	H	H	H	4-OCH ₃	73-74
48	H	2-NO ₂ -4-Cl	H	H	H	3-Cl	130,5-132,5
49	H	2-NO ₂ -4-Cl	H	H	H	4-SCH ₃	93-96
52	H	2-NO ₂ -4-Cl	H	H	H	2-Br	109-112
53	H	2-NO ₂ -4-Cl	CH ₃	H	H	2-OCH ₃	151-153
54	H	2-NO ₂ -4-Cl	CH ₃	H	H	4-OC ₂ H ₅	119-121
55	H	2-NO ₂ -4-Cl	CH ₃	H	H	4-SCH ₃	75-77
56	H	2-NO ₂ -4-Cl	CH ₃	H	H	H	60-62
112	H	2-CF ₃ -4-F	H	H	H	H	154-156
113	H	2-Cl-4-CF ₃	H	H	H	H	126-128

Tabulka II



sloučenina číslo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	teplota tání (°C)
57	H	H	2,4-diNO ₂	H	H	H	151-154
58	H	H	2-NO ₂ -5-Cl	H	H	H	165,5-167,5
59	H	H	2-NO ₂	H	H	H	206-208
60	H	H	2-Cl	H	H	H	209-210
61	H	H	3-CF ₃	H	H	H	198-201
62	H	H	2,4-Cl ₂	H	H	H	142-144
63	H	H	2-NO ₂ -5-CH ₃	H	H	H	163-165
64	H	H	2,4-bisCF ₃	H	H	H	162-165
65	H	H	2-CF ₃	H	H	H	189-191
68	H	H	2,5-Cl ₂	H	H	H	164-166
69	H	H	2-OC ₂ H ₅	H	H	H	101-104
70	H	H	2,3,4-Cl ₃	H	H	H	172-176
71	H	H	2,4,5-Cl ₃	H	H	H	139,5-140,5
72	H	H	2-NO ₂ -4-Br	H	H	H	168-171
73	H	H	2-NO ₂ -4-CN	H	H	H	250
74	H	H	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	H	H	154-156
75	H	H	2-NO ₂ -4-F	H	H	H	170-172
76	H	H	2-CH ₃ -3-NO ₂	H	H	H	161-163
77	H	H	2-CH ₃ -5-NO ₂	H	H	H	198-200
78	H	H	2-Br	H	H	H	163-165
79	H	H	2-OCH ₃	H	H	H	149-153
80	H	H	3-NO ₂	H	H	H	232-234
81	H	H	3-Br	H	H	H	202-204
82	H	H	3-OCF ₃	H	H	H	151-152
83	H	H	3-OCH ₃	H	H	H	139-142
84	H	H	3-Cl	H	H	H	190-193
85	H	H	3-CH ₃	H	H	H	157-160
86	H	H	4-NO ₂	H	H	H	212-214
88	H	H	4-Cl	H	H	H	182-184
89	H	H	4-CN	H	H	H	239-243
90	H	H	4-Br	H	H	H	179-182
91	H	H	4-CH ₃	H	H	H	176-179
92	H	H	4-OCH ₃	H	H	H	138-140
93	H	CH ₃	2-NO ₂ -4-Cl	H	CH ₃	H	146-148
94	-(CH ₂) ₅ -		2-NO ₂ -4-Cl	H	H	H	150-152
95	H	H	2-NO ₂ -4-Cl	H	CH ₃	CH ₃	147-149
96	H	H	2-NO ₂ -4-Cl	CH ₃	CH ₃	CH ₃	124-126

sloučenina číslo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	teplota tání (°C)
97	CH ₃	CH ₃	2,4-bisCF ₃	H	H	H	175-175,5
98	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-F	H	H	H	135-136
99	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	H	H	147-150
100	CH ₃	CH ₃	2,3,4-Cl ₃	H	H	H	273-275
101	CH ₃	CH ₃	2,4,5-Cl ₃	H	H	H	176-178
102	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-Br	H	H	H	144-147
103	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-SO ₂ CH ₃	H	H	H	168-170
110	H	H	2-NO ₂ -4-SO ₂ CH ₃	H	H	H	157-158
111	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-OCH ₃	H	H	H	164-166
114	H	H	2-NO ₂ -4-CO ₂ Et	H	H	H	135-137
115	H	H	2-Cl-4-CF ₃	H	H	H	108-110
116	H	H	2-CF ₃ -4-F	H	H	H	179-181
117	CH ₃	H	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	H	H	126-128
118	H	H	2-NO ₂ -4-CF ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	133-134
119	H	H	2-NO ₂ -4-OCH ₃	H	H	H	173-175
120	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-CO ₂ Et	H	H	H	184-185
121	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-CH ₃	H	H	H	165-167
122	H	H	4- <i>ters</i> .C ₄ H ₉	H	H	H	159-161
123	H	H	2-NO ₂ -4,5-Cl ₂	H	H	H	146-148
124	H	H	2-NO ₂ -4-CH ₃ CO	H	H	H	139-141
125	H	H	2-NO ₂ -4-CH ₃	H	H	H	168-170
126	H	H	2-Cl-4-SO ₂ CH ₃	H	H	H	187-188
127	H	H	2-NO ₂ -4-Cl-5-CH ₃	H	H	H	163-165
128	H	H	2-Cl-5-NO ₂	H	H	H	131-133
129	H	H	2-CH ₃ -4-Br	H	H	H	156-158
130	H	H	3-Br-4-CH ₃	H	H	H	168-170
131	H	H	2-SCH ₃	H	H	H	116-118
132	H	H	2-CH ₃	H	H	H	217-219
133	H	H	4-I	H	H	H	144-146
134	H	H	3,5-(CF ₃) ₂	H	H	H	137-139
135	CH ₃	CH ₃	2-Cl-4-SO ₂ CH ₃	H	H	H	216
136	CH ₃	CH ₃	2-CF ₃ -4-F	H	H	H	159-161
137	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4,5-Cl ₂	H	H	H	179-180
138	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-Cl-5-CH ₃	H	H	H	188-189
139	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-CN	H	H	H	169-170,5
140	H	H	2-NO ₂ -4-SO ₂ CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	164-166

sloučenina číslo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	teplota tání (°C)
141	H	H	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	CH ₃	H	132-134
142	H	H	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	CH ₃	CH ₃	145-146
143	-(CH ₂) ₅	-	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	H	H	151-153
144	CH ₃	C ₂ H ₅	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	H	H	163-164
145	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	2-NO ₂ -4-CF ₃	H	H	H	182-184
146	CH ₃	CH ₃	2-NO ₂ -4-CF ₃	CH ₃	H	H	124-125
147	CH ₃	CH ₃	3,5-(CF ₃) ₂	H	H	H	166-167

Příklad 8

Sloučenina 109

K míchání roztoku 2 g 6-methyl-6-trifluormethylpiperidin-2,4-dionu a 1,4 ml suchého triethylaminu ve 25 ml suchého acetonitrilu se při teplotě místnosti přidá roztok 2,6 g 2-nitro-4-trifluormethylbenzoylchloridu v 8 ml suchého acetonitrilu. Směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti, pak se k ní postupně přidá 4,5 ml suchého triethylaminu a 0,5 ml acetonkvanhydridu a výsledná směs se 8 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se promyje postupně 25 ml 2N kyseliny chlorovodíkové a třikrát vždy 50 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Žlutý pryskyřičnatý zbytek poskytne po překrystalování ze směsi toluenu a hexanu (15 ml : 10 ml) 3,2 g 3-(2-nitro-4-trifluormethylbenzoyl)-6-methyl-6-trifluormethylpiperidin-2,4-dionu ve formě žluté krystalické látky o teplotě tání 164,5 až 165,5 °C.

Příklad 9

Sloučenina 66

K míchané suspenzi 1,13 g piperidin-2,4-dionu, 1,64 g bezvodého chloridu zinečnatého a 1,31 g benzoylkyanidu v 50 ml suchého dichlormethanu se při teplotě 0 až 5 °C přidá 1,33 g suchého triethylaminu a směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se postupně promyje dvakrát vždy 30 ml 2N kyseliny chlorovodíkové a třikrát vždy 30 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Světle žlutý pevný zbytek poskytne po překrystalování z 0,5 ml acetonitrilu 0,5 g 3-benzoylpiperidin-2,4-dionu ve formě krémově zbarvené krystalické látky o teplotě tání 164 až 165 °C.

Příklad 10

Sloučenina 87

K míchanému roztoku 1,96 g diethyl-kyanfosfátu, 2,28 g 4-trifluormethylbenzoové kyseliny a 1,13 g piperidin-2,4-dionu v 50 ml suchého dimethylformamidu se při teplotě

O až 5 °C přidá 3,24 g suchého triethylaminu a směs se 5 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se zředí 70 ml dichlormethanu a roztok se postupně promyje 70 ml 2N kyseliny chlorovodíkové a pětkrát vždy 30 ml vody. Dichlormethanový roztok se vysuší síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku na hnědý pevný zbytek, který po překrystalování z 11 ml toluenu poskytne 0,44 g 3-(4-trifluormethylbenzoyl)piperidin-2,4-dionu ve formě světle zelené krystalické látky o teplotě tání 197 až 200 °C.

Příklad 11

Sloučenina 67

K míchanému roztoku 1,13 g piperidin-2,4-dionu a 1,31 g suchého triethylaminu v 50 ml suchého acetonitrilu se při teplotě místnosti přidá roztok 2,1 g 3,4-dichlorbenzoylchloridu v 10 ml suchého acetonitrilu. Směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti, pak se k ní postupně přidá 0,06 g kyanidu draselného, 3,1 g suchého triethylaminu a 0,5 ml tris(3,6-dioxahexyl)aminu a výsledná směs se 24 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se odpaří za sníženého tlaku a odparek se rozpustí v 50 ml dichlormethanu. Dichlormethanový roztok se postupně promyje dvakrát vždy 30 ml 2N kyseliny chlorovodíkové a třikrát vždy 30 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Hnědý zbarvený pevný zbytek poskytne po vyčištění sloupcovou chromatografií 0,37 g 3-(3,4-dichlorbenzoyl)piperidin-2,4-dionu ve formě krémově zbarvených krystalů o teplotě tání 171,5 až 174,5 °C.

Příklad 12

Sloučenina 19

K míchané směsi 9,3 g chloridu hlinitého a 50 ml dichlorethanu se při teplotě -5 až +5 °C přidá suspenze 10,9 g 5,6-dihydro-4-(2-fluorbenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-onu v 10 ml dichlorethanu a směs se 4 hodiny míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se vnese do směsi 400 g ledu a 75 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a kyselá směs se extrahuje třikrát vždy 200 ml dichlormethanu. Spojené extrakty se promyjí dvakrát vždy 200 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Žlutý olejovitý zbytek poskytne po překrystalování ze směsi methanolu a vody (25 ml + 5 ml) 2,1 g 3-(2-fluorbenzoyl)-6-fenylpiperidin-2,4-dionu ve formě slabě žluté krystalické látky o teplotě tání 115 až 116,5 °C.

Pracuje se analogickým způsobem jako v referenčním příkladu 1 s tím, že se namísto 2-nitrobenzoylchloridu použije 2-fluorbenzoylchlorid. Získá se 5,6-dihydro-4-(2-fluorbenzoyloxy)-6-fenylpyridin-2(1H)-on ve formě bezbarvé krystalické látky tající po překrystalování z methanolu při 148 až 149 °C.

Příklad 13

Sloučeniny 50 a 51

K míchanému roztoku 1,5 g 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylthiofenyl)piperidin-2,4-dionu v 60 ml suchého dichlormethanu se při teplotě 5 až 10 °C přidá roztok 1,48 g m-chlorperbenzoové kyseliny ve 40 ml suchého dichlormethanu a směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se postupně promyje 25 ml 2N roztoku disiřičitanu sodného a dvakrát vždy 50 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým

a odpaří se za sníženého tlaku. Získá se krémově zbarvený pevný materiál, který po překrystalování ze směsi dioxanu a hexanu (25 ml : 16 ml) poskytne 0,57 g 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylsulfonylphenyl)piperidin-2,4-dionu ve formě světle žluté krystalické látky o teplotě tání 296 až 299 °C.

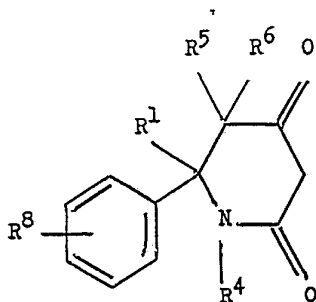
Analogickým postupem se za použití polovičního množství m-chlorperbenzoové kyseliny připraví 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-(4-methylsulfinylphenyl)piperidin-2,4-dion o teplotě tání 248 až 251 °C.

Příklad 14

Směs 26,3 g methyl-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion-3-karboxylátu, 30 ml vody a tří kapek koncentrované kyseliny chlorovodíkové ve 300 ml acetonitrilu se 4 hodiny zahřívá k varu pod zpětným chladičem. Ochlazený reakční roztok se odpaří ze sníženého tlaku a zbytek se překrystaluje v 50 ml vody. Získá se 7,3 g 6,6-dimethylpiperidin-2,4-dionu ve formě krémově zbarvené krystalické látky o teplotě tání 183 až 184 °C.

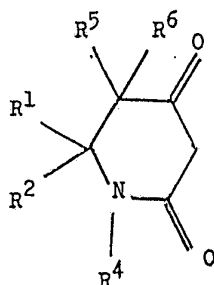
Analogickým způsobem se připraví piperidin-diony shrnuté do následujících tabulek III a IV.

Tabulka III



R ¹	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁸	teplota tání (°C)
H	H	H	H	H	171 - 172
CH ₃	H	H	H	H	185 - 187
H	CH ₃	H	H	H	109 - 111
H	H	H	H	3,4-F ₂	116 - 120
H	H	H	H	4-CH ₃	153 - 155
H	H	H	H	4-OCH ₃	171 - 172
H	H	H	H	3-Cl	105 - 107
H	H	H	H	4-SCH ₃	169 - 173
H	H	H	H	2-BR	93 - 95
H	CH ₃	H	H	2-OCH ₃	168 - 170
H	CH ₃	H	H	4-OC ₂ H ₅	130 - 133
H	CH ₃	H	H	4-SCH ₃	99 - 102

Tabulka IV



R ¹	R ²	R ⁴	R ⁵	R ⁶	teplota tání (°C)
CH ₃	CH ₃	H	H	H	182 - 183
H	H	H	H	H	100 - 101
H	H	H	CH ₃	H	86 - 89
H	CH ₃	H	H	H	120 - 123
H	CH ₃	H	CH ₃	H	115 - 118
- (CH ₂) ₅ -		H	H	H	153 - 155
H	H	H	CH ₃	CH ₃	125 - 127
CF ₃	CH ₃	H	H	H	153 - 154
CH ₃	C ₂ H ₅	H	H	H	136 - 137
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	H	H	129 - 130
H	H	CH ₃	H	H	olej
H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	52 - 54
CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	H	101 - 102

Referenční příklad 2

Roztok 45 g methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-3-methylbutyrátu a 4,22 g kovového sodíku ve 450 ml bezvodého methanolu se 3 hodiny zahřívá k varu pod zpětným chladičem. Ochlazená směs se odpaří za sníženého tlaku a odparek se rozpustí ve 200 ml vody. Vodný roztok se promyje třikrát vždy 100 ml etheru, okyselí se 2N kyselinou chlorovodíkovou a kyselá směs se extrahuje třikrát vždy 100 ml dichlormethanu. Spojené extrakty se promyjí dvakrát vždy 100 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Získá se 26,3 g methyl-6,6-dimethylpiperidin-2,4-dion-3-karboxylátu ve formě krémově zbarvených krystalů o teplotě tání 170 až 172 °C.

Analogickým postupem se náhradou methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-3-methylbutyrátu ethyl-3-(methoxykarbonylacetamido)-3-fenylbutyrátem připraví methyl-6-methyl-6-fenylpiperidin-2,4-dion-3-karboxylát ve formě čirého červeného oleje.

Analogickým způsobem se náhradou methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-3-methylbutyrátu methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-N-methyl-3-fenylpropionátem připraví methyl-1-methyl-6-fenylpiperidin-2,4-dion-3-karboxylát ve formě čirého oranžového oleje.

Analogickým postupem se náhradou methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-3-methylbutyrátu methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-3-trifluormethylbutyrátem připraví methyl-6-methyl-6-trifluormethylpiperidin-2,4-dion-3-karboxylát ve formě krémově zbarvené krystalické látky o teplotě tání 150 až 152 °C.

Referenční příklad 3

K intenzívně míchané směsi 33,5 g methyl-3-aminoisovalerát-hydrochloridu a 58,5 ml suchého triethylaminu ve 300 ml suchého dichlormethanu se při teplotě 0 až 5 °C přidá roztok 31 g ethyl-malonoylchloridu v 50 ml suchého dichlormethanu a směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se postupně promyje 50 ml 2N kyseliny chlorovodíkové, 50 ml vody, 25 ml 2N roztoku uhličitanu sodného a třikrát vždy 50 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Získá se 45 g methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-3-methylbutyrátu ve formě čirého oranžového oleje.

Analogickým postupem se náhradou methyl-3-aminoisovalerát-hydrochloridu methyl-3-methylamino-3-fenylpropionátem připraví methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-N-methyl-3-fenylpropionát ve formě čirého oranžového oleje.

Analogickým postupem se náhradou methyl-3-aminoisovalerát-hydrochloridu methyl-3-amino-3-methyl-4,4,4-trifluorbutyrátem připraví methyl-3-(ethoxykarbonylacetamido)-3-trifluormethylbutyrát ve formě čirého oranžového oleje.

Referenční příklad 4

K míchané směsi 28 ml methyl-kyanacetátu a 65 g ethyl-3-hydroxy-3-fenylbutyrátu se při teplotě 0 až 5 °C přidá 80 ml koncentrované kyseliny sírové a výsledná směs se 18 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční směs se vnese do 250 g drceného ledu a kyselá směs se extrahuje třikrát vždy 100 ml dichlormethanu. Spojené extrakty se promyjí čtyřikrát vždy 250 ml vody, vysuší se síranem sodným a odpaří se za sníženého tlaku. Získá se 43,16 g ethyl-3-(methoxykarbonylacetamido)-3-fenylbutyrátu ve formě čirého hnědého oleje.

Referenční příklad 5

K roztoku 39 g 3-methylamino-3-fenylpropionové kyseliny v bezvodém methanolu se za míchání při teplotě 0 až 5 °C přidá 30 ml thionylchloridu a směs se 5 hodin míchá při teplotě místnosti. Reakční roztok se odpaří za sníženého tlaku a k odparku se přidá 350 ml 2N roztoku uhličitanu sodného. Výsledný roztok se extrahuje dvakrát vždy 100 ml dichlormethanu, spojené extrakty se promyjí 250 ml vody, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se za sníženého tlaku. Získá se 36,9 g methyl-3-methylamino-3-fenylpropionátu ve formě čirého oranžového oleje.

Analogickým postupem se náhradou 3-methylamino-3-fenylpropionové kyseliny 3-amino-3-trifluormáseleinou kyselinou připraví methyl-3-amino-3-methyl-4,4,4-trifluorbutyrát ve formě čirého bezbarvého oleje.

Referenční příklad 6

Roztok 45 g N-methyl-3-fenylisoxazolidin-3-onu v 510 ml methanolu se 6 hodin

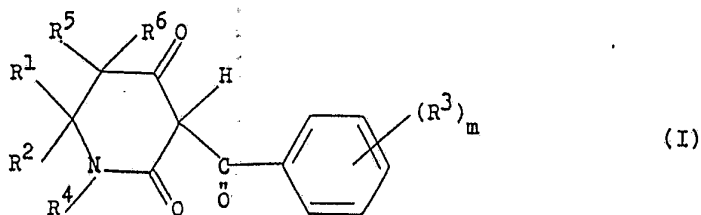
hydrogenuje v přítomnosti 0,5 g 5 % paladia na uhlí za tlaku 0,28 MPa. Reakční směs se zfiltruje a filtrát se odpaří za sníženého tlaku. Získá se 39 g 3-methylamino-3-fenylpropionové kyseliny ve formě světle oranžových krystalů tajících při 167 až 168 °C.

Referenční příklad 7

Roztok 10 g 3-trifluormethylkrotonové kyseliny a 23 ml kapalného amoniaku ve 27 ml hydroxidu amonného (hustota 0,88) se v uzavřené ocelové nádobě 16 hodin zahřívá na 148 až 152 °C. Po odpaření ochlazeného reakčního roztoku se získá 10,2 g 3-amino-3-trifluormethylmáslné kyseliny ve formě bezbarvého viskózního oleje.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje derivát 3-benzoylpiperidin-2,4-dionu obecného vzorce I



ve kterém

- R^1 znamená atom vodíku, methylovou skupinu, ethylovou skupinu nebo trifluormethylovou skupinu a
- R^2 představuje fenylovou skupinu, 3,4-difluorfenylovou skupinu, 4-methylfenylovou skupinu, 4-methoxyfenylovou skupinu, 3-chlorfenylovou skupinu, 4-methylthiofenylovou skupinu, 4-methylsulfinylfenylovou skupinu, 4-methylsulfonylfenylovou skupinu, 2-bromfenylovou skupinu, 2-methoxyfenylovou skupinu, 4-ethoxyfenylovou skupinu, atom vodíku, methylovou skupinu, ethylovou skupinu nebo trifluormethylovou skupinu, nebo
- R^1 a R^2 společně s uhlíkovým atomem, na který jsou navázány, tvoří cyklohexylovou skupinu,
- R^3 představuje atom fluoru, chloru, bromu či jodu, nitroskupinu, kyanoskupinu, ethoxykarbonylovou skupinu, acetylovou skupinu, methylovou skupinu, trifluormethylovou skupinu, terc.butylovou skupinu, methoxyskupinu, trifluormethoxyskupinu, ethoxyskupinu, methylthioskupinu nebo methylsulfonylovou skupinu,
- m je číslo o hodnotě 0, 1, 2 nebo 3 a
- R^4 , R^5 a R^6 znamenají vždy atom vodíku nebo methylovou skupinu,
- nebo jeho zemědělsky přijatelnou sůl, v kombinaci se zemědělsky přijatelným ředidlem nebo nosičem nebo/a povrchově aktivním činidlem.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu shora uvedeného obecného vzorce I ve kterém

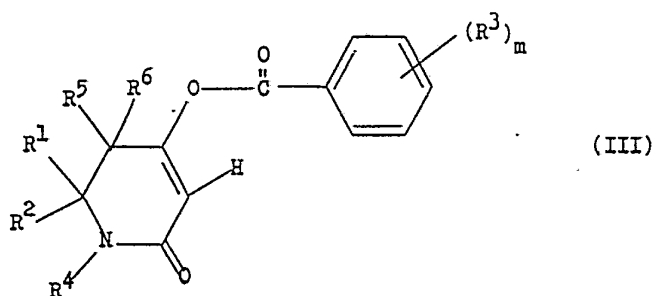
R^1 znamená atom vodíku, methylovou skupinu nebo ethylovou skupinu,
 R^2 představuje fenylovou skupinu, 3,4-difluorfenylovou skupinu, 4-methylfenylovou skupinu, 4-methoxyfenylovou skupinu, 3-chlorfenylovou skupinu, 4-methylthiofenylovou skupinu, 4-methylsulfinylfenylovou skupinu, 4-methylsulfonylfenylovou skupinu, 2-bromfenylovou skupinu, 2-methoxyfenylovou skupinu, 4-ethoxyfenylovou skupinu, atom vodíku, methylovou skupinu nebo ethylovou skupinu a

R^3, R^4, R^5, R^6 a m mají význam jako v bodu 1, nebo její zemědělsky přijatelnou sůl.

3. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu vybranou ze skupiny zahrnující

3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)piperidin-2,4-dion,
 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-5-methylpiperidin-2,4-dion,
 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-1-methylpiperidin-2,4-dion,
 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-methyl-6-fenylpiperidin-2,4-dion,
 3-(4-chlor-2-nitrobenzoyl)-6-methylpiperidin-2,4-dion,
 a jejich zemědělsky přijatelné soli.

4. Způsob výroby účinných látek obecného vzorce I podle bodu 1 a jejich solí, vyznačující se tím, že se sloučenina obecného vzorce III



ve kterém mají jednotlivé obecné symboly význam jako v bodu 1, podrobí přesmyku za použití zdroje kyanidových iontů nebo v přítomnosti chloridu hlinitého či 4-(subst. amino)pyridinu, jako 4-dimethylaminopyridinu, načež se popřípadě získaná sloučenina obecného vzorce I převede na svoji zemědělsky přijatelnou sůl.

5. Způsob podle bodu 4, vyznačující se tím, že se použijí odpovídající výchozí látky, za vzniku sloučenin definovaných v bodu 2 a jejich zemědělsky přijatelných solí.

6. Způsob podle bodu 4, vyznačující se tím, že se použijí odpovídající výchozí látky, za vzniku sloučenin uvedených v bodu 3, a jejich zemědělsky přijatelných solí.