

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

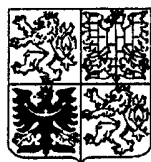
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

3495-96

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **17. 05. 95**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **01.06.94**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **94/4419259**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12. 03. 97**
(**Věstník č. 3/97**)

(86) PCT číslo: **PCT/EP95/01868**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 95/32951**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 07 D239/42

C 07 D251/12

C 07 D251/16

C 07 D251/46

C 07 D239/46

C 07 D239/52

A 01 N47/36

(71) Přihlášovatel:

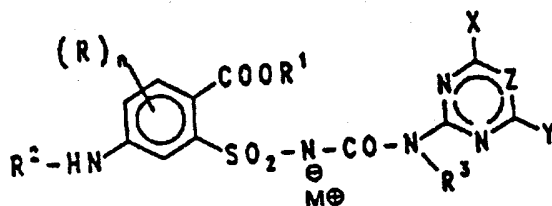
HOECHST SCHERING AGREVO GMBH,
Berlin, DE;

(72) Původce:

Schnabel Gerhard, Grosswallstadt, DE;
Willms Lothar, Hofheim, DE;
Bauer Klaus, Hanau, DE;
Bieringer Hermann, Eppstein, DE;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2,
12000;



(54) Název přihlášky vynálezu:

**Fenylsulfonylmočoviny se substituenty
na dusíku, způsob jejich výroby a jejich
použití jako herbicidů a růstových regulá-
torů**

(57) Anotace:

Řešení se týká technické oblasti herbicidů a regulátorů růstu rostlin, obzvláště herbicidů pro selektivní potírání plevelů v kulturách užitkových rostlin. Konkrétně se týká nových solí fenylsulfonylmočovín se substituenty na dusíku obecného vzorce I, ve kterém mají substituenty významy uvedené v popisné části, způsobu jejich výroby a jejich použití.

CZ 3495-96 A3

3495-96

č.j.	187217
DOŠLO	
28. XI. 96	
URAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ	
PÍL.	

Fenylsulfonylmočoviny se substituenty na dusíku, způsob jejich výroby a jejich použití jako herbicidů a růstových regulátorů

Oblast techniky

Vynález se týká technické oblasti herbicidů a regulátorů růstu rostlin, obzvláště herbicidů pro selektivní potírání plevelů a plevelných travin v kulturách užitkových rostlin. Konkrétně se týká nových fenylsulfonylmočoviny se substituenty na dusíku, způsobu jejich výroby a jejich použití.

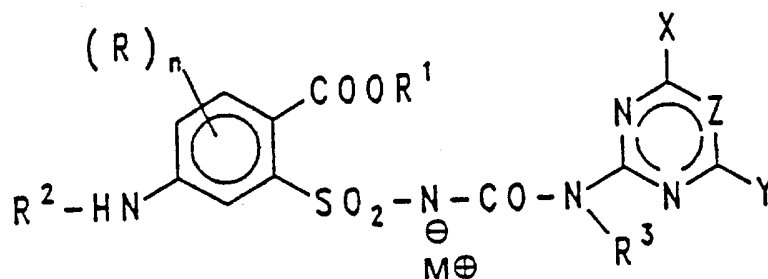
Dosavadní stav techniky

Je známé, že heterocyklicky substituované fenylsulfonylmočoviny, které nesou na fenylovém kruhu aminoskupinu nebo funkcionalisovanou aminoskupinu, mají herbicidní a růstově regulační vlastnosti pro rostliny (EP-A-1515 ; US-A-4 892 946 ; US-A-4 981 509 ; EP-A-116 518 /= US-A-4 664 695 a US-A-4 632 695/ a DE-A-4 236 902 /WO 94/10154/)

Podstata vynálezu

Nyní bylo překvapivě zjištěno, že soli určitých heterocyklicky substituovaných fenylsulfonylmočoviny jsou obzvláště dobře vhodné jako herbicidy a růstové regulátory pro rostliny.

Předmětem předloženého vynálezu tedy jsou nové fenyl-sulfonylmočoviny se substituenty na dusíku obecného vzorce I (soli)



ve kterém

n značí číslo 0, 1, 2 nebo 3 ,

R značí atom halogenu, alkylovou skupinu nebo alkoxy-skupinu a sice nezávisle na jiných substituentech R , když n je větší než 1 ,

R^1 značí nesubstituovaný nebo substituovaný uhlovodíkový zbytek nebo nesubstituovaný nebo substituovaný heterocyklický zbytek,

R^2 značí acylový zbytek,

R^3 značí vodíkový atom nebo alkylovou skupinu s 1 až 5 uhlíkovými atomy,

M^+ značí ekvivalent kationtu,

X a Y značí nezávisle na sobě atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkoxy skupinu s 1 až

6 uhlikovými atomy, alkylthioskupinu s 1 až 6 uhlikovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků může být nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlikovými atomy a alkylthioskupinu s 1 až 4 uhlikovými atomy, nebo značí cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlikovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlikovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlikovými atomy, alkenyloxyskupinu se 2 až 6 uhlikovými atomy, alkinyloxyskupinu se 2 až 6 uhlikovými atomy a monoalkylaminoskupinu nebo dialkylaminoskupinu se vždy 1 až 4 uhlikovými atomy a

Z značí skupinu CH nebo dusíkový atom.

V obecném vzorci I a ve vzorcích, používaných v následujícím, mohou být alkylové, alkoxylové, halogenalkylové, halogenalkoxylové, alkylaminové a alkylthio-zbytky, jakož i odpovídající nenasycené a/nebo substituované zbytky v uhlikové mřížce přímé nebo rozvětvené. Když není speciálně uvedeno, jsou u těchto skupin výhodné zbytky s nižším počtem uhlikových atomů v mřížce, například 1 až 4 uhlikové atomy, popřípadě u nenasycených skupin 2 až 4 uhlikové atomy. Alkylové zbytky, také v souvisejících významech, jako jsou alkoxylové nebo halogenalkylové zbytky a podobně, značí například metylovou skupinu, ethylovou skupinu, n-propylovou skupinu, isopropylovou skupinu, n-butylovou skupinu, isobutylovou skupinu, terc.-butylovou skupinu nebo 2-butylovou skupinu, pentylové skupiny, hexylové skupiny, jako je n-hexylová skupina, isohexylová skupina a 1,3-dimethylbutylová skupina a heptylové skupiny, jako je n-heptylová skupina, 1-methylhexylová skupina a 1,4-dimet-

hlypentylová skupina ; alkenylové a alkinylové skupiny mají význam alkylovým skupinám odpovídajících možných nenasycených zbytků ; alkenyl značí například allyl, 1-methyl-prop-2-en-1-yl , 2-methyl-prop-2-en-1-yl , but-2-en-1-yl, but-3-en-1-yl , 1-methyl-but-3-en-1-yl a 1-methyl-but-2-en-1-yl ; alkynyl značí například peopargylovou skupinu, but-2-in-1-yl , but-3-in-1-yl a 1-methyl-but-3-in-1-yl.

Halogen značí například fluor, chlor, brom nebo jod. Haloalkylová, haloalkenylová a haloalkinylová skupina značí halogenem, výhodně fluorem, chlorem a/nebo bromem, obzvláště fluorem nebo chlorem, částečně nebo úplně substituovanou alkylovou, alkenylovou, popřípadě alkinylovou skupinu, jako je například $-CF_3$, $-CHF_2$, $-CH_2F$, $-CF_2CF_3$, $-CHClCH_2F$, $-CCl_3$, $-CHCl_2$, $-CH_2CH_2Cl$; haloalkoxykupina je například $-OCF_3$, $-OCHF_2$, $-OCH_2F$, $-OCF_2CF_3$, $-OCH_2CF_3$ a $-OCH_2CH_2Cl$. Odpovídající platí pro haloalkenylové skupiny a jiné halogeny substituované zbytky.

Uhlovodíkový zbytek je přímý, rozvětvený nebo cyklický a nasycený nebo nenasycený, alifatický nebo aromatický uhlovodíkový zbytek, například alkylová, alkenylová, alkinylová, cykloalkylová, cykloalkenylová nebo arylová skupina; arylová skupina značí při tom monocyklický, bicyklický nebo polycyklický aromatický systém, například fenylovou skupinu, naftylovou skupinu, tetrahydronaftylovou skupinu, indenylovou skupinu, indanylovou skupinu, fluorenylovou skupinu a podobně, výhodně fenylovou skupinu; výhodně značí uhlovodíkový zbytek alkylovou, alkenylovou nebo alkinylovou skupinu s až 12 uhlíkovými atomy nebo cykloalkylovou skupinu s 5 nebo 6 atomy v kruhu nebo fenylovou skupinu.

Heterocyklický zbytek nebo kruh může být nasycený, nenasycený nebo heteroaromatický ; obsahuje jeden nebo více heteroatomů, výhodně ze skupiny, zahrnující dusík, kyslík a síru, například má 3 až 8 atomů v kruhu; výhodně je pětičlenný nebo šestičlenný a obsahuje 1, 2 nebo 3 heteroatomy v kruhu. Tento heteroaromatický zbytek může být například výše definovaný heteroaromatický zbytek nebo kruh (heteroaryl), jako je například monocyklický, bicyklický nebo polycyklický aromatický systém, ve kterém alespoň jeden kruh obsahuje jeden nebo více heteroatomů, například pyridylový, pyrimidinylový, pyridazinylový, pyrazinylový, thienylový, thiazolylový, oxazolylový, furylový, pyrrolylový, pyrazolylový a imidazolylový zbytek, nebo je to parciálně hydrogenovaný nebo zcela hydrogenovaný zbytek, jako je oxiranylová skupina, pyrrolidylová skupina, piperidylová skupina, piperazinylová skupina, dioxolanylová skupina, morfolinylová skupina a tetrahydrofurylová skupina. Jako substituenty pro substituovaný heterocyklický zbytek přicházejí v úvahu dále uváděné substituenty a dodatečně také oxoskupina. Oxoskupina se může také vyskytovat na heteroatomech kruhu, které mohou existovat v různých oxidačních stupních, například u dusíku a síry.

Substituované zbytky, jako jsou substituované uhlovodíkové zbytky, například substituovaná alkylová skupina, alkenylová skupina, alkinylová skupina, arylová skupina, heteroarylová skupina, fenylová skupina nebo benzylová skupina, značí například substituované zbytky, odvozené od nesubstituovaného základního skeletu, přičemž substituenty mohou být zvolené v principu z široké palety strukturně nejrozličnějších zbytků. Substituenty na základním skeletu jsou například funkční skupiny, zahrnující uhlovodíkové zbytky nebo heterocyklické zbytky, které jsou přes heteroatomy nebo

jiné funkční skupiny spojené se základním skeletem, nebo jsou to karbocyklické nebo heterocyklické zbytky, které jsou přímo spojené se základním skeletem, nebo v případě cyklického základního skeletu, jsou to také acyklické uhlovodíkové zbytky, které jsou přímo spojené se základním skeletem. Uvedené substituenty mohou v principu obsahovat další substituenty. Substituenty na základním skeletu značí například jeden nebo více, výhodně 1, 2 nebo 3 zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxykupinu, haloalkoxykupinu, alkylthioskupinu, hydroxykupinu, aminoskupinu, nitroskupinu, kyanoskupinu, azidovou skupinu, alkoxykarbonylovou skupinu, alkylkarbonylovou skupinu, formylovou skupinu, karbamoylovou skupinu, monoalkylaminokarbonylovou skupinu, dialkylaminokarbonylovou skupinu, substituovanou aminoskupinu, jako je acylaminoskupina, alkylaminoskupina a dialkylaminoskupina, alkylsulfinylovou skupinu, haloalkylsulfinylovou skupinu, alkylsulfonylovou skupinu, haloalkylsulfonylovou skupinu a v případě cyklických zbytků také alkylovou a haloalkylovou skupinu, jakož i uvedeným nasyceným uhlovodíky obsahujícím nasyceným zbytkům odpovídající nenasycené alifatické zbytky, jako je alkenylová skupina, alkinylová skupina, alkenyloxyskupina, alkinyloxyskupina a podobně. U zbytků s uhlíkovými atomy jsou výhodné zbytky s 1 až 4 uhlíkovými atomy, obzvláště s 1 nebo 2 uhlíkovými atomy. Výhodné jsou při tom zpravidla substituenty ze skupiny zahrnující halogeny, například fluor a chlor, alkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, především methylovou a ethylovou skupinu, haloalkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, především trifluormethylovou skupinu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, především methoxykupinu nebo ethoxykupinu, haloalkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, nitroskupinu a kyanoskupinu. Obzvláště výhodné jsou při tom jako substituenty methylová skupina, methoxykupina

a atom chloru. Substituenty na základním skeletu jsou například také heterocyklické zbytky, výhodně nasycené heterocyklické zbytky se 3 až 6 atomy v kruhu a s kyslíkovým atomem jako heteroatomem, které mohou být substituovány ještě dalšími substituenty, jako je například alkylová skupina s 1 až 4 uhlíkovými atomy.

Popřípadě substituovaná fenylová skupina je výhodně fenylová skupina, která je nesubstituovaná nebo jednou nebo vícekrát, výhodně až třikrát substituovaná stejnými nebo různými zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxy skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, halogenalkoxylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy a nitroskupinu, jako je například o-tolylová skupina, m-tolylová skupina, p-tolylová skupina, dimethylfenylová skupina, 2-chlorfenylová skupina, 3-chlorfenylová skupina, 4-chlorfenylová skupina, 2-trifluorfenylová skupina, 3-trifluorfenylová skupina, 4-trifluorfenylová skupina, 2-trichlorfenylová skupina, 3-trichlorfenylová skupina, 4-trichlorfenylová skupina, 2,4-dichlorfenylová skupina, 3,5-dichlorfenylová skupina, 2,5-dichlorfenylová skupina, 2,3-dichlorfenylová skupina, o-methoxyfenylová skupina, m-methoxyfenylová skupina a p-methoxyfenylová skupina.

Acylový zbytek značí zbytek organické kyseliny, například zbytek karboxylové kyseliny a zbytky od nich odvozených kyselin, jako jsou thiokarboxylové kyseliny, popřípadě N-substituované iminokarboxylové kyseliny, nebo zbytek monoesterů kyseliny uhličitě, popřípadě N-substituované kyseliny karbaminové, sulfonových kyselin, sulfinových kyselin, fosfonových kyselin a fosfinových kyselin. Acylová skupina značí například formylovou skupinu, alkyلكarboxy-

lovou skupinu, jako je alkylkarbonylová skupina s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkylu, fenyلكarbonylovou skupinu, přičemž fenylový kruh může být substituován, například jak je výše uvedeno pro fenylovou skupinu, alkoxykarbonylovou skupinu, fenyloxykarbonylovou skupinu, benzyloxykarbonylovou skupinu, alkylsulfonylovou skupinu, alkylsulfinylovou skupinu, N-alkyl-1-iminoalkylovou skupinu a jiné zbytky organických kyselin.

Předmětem předloženého vynálezu jsou také všechny stereoisomery, které zahrnuje obecný vzorec I , a jejich směsi. Takové sloučeniny obecného vzorce I obsahují jeden nebo více asymetrických uhlíkových atomů nebo také dvojně vazby, které nejsou v obecném vzorci I zvláště uvedeny. Jejich specifickou formou definované možné stereoisomery, jako jsou enantiomery, diastereomery, Z-isomery a E-isomery, jsou všechny zahrnuté do obecného vzorce I a mohou se pomocí obvyklých metod získat ze směsi stereoisomerů, nebo se mohou vyrobit pomocí stereoselektivních reakcí v kombinaci se vsázkou stereochemicky čistých výchozích látek.

Sloučeniny obecného vzorce I jsou soli, u kterých je kationt výhodně kationt, vhodný pro oblast zemědělství. Tyto soli jsou například kovové, obzvláště s alkalickými kovy nebo s kovy alkalických zemin, obzvláště sodné a draselné, nebo také amonné soli a amonné soli substituované organickými zbytky.

Obzvláště zajímavé jsou sloučeniny podle předloženého vynálezu obecného vzorce I , ve kterém

n značí číslo 0, 1 nebo 2 ,

R značí atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 3 uhlíkovými atomy nebo alkoxy skupinu s 1 až 3 uhlíkovými atomy,

R¹ značí nesubstituovaný nebo substituovaný cykloalifatický nebo alifatický uhlovodíkový zbytek s až 24 uhlíkovými atomy nebo nesubstituovaný nebo substituovaný nasycený heterocyklický zbytek se 3 až 6 atomy v kruhu,

výhodně alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, kyanoskupinu, alkoxy skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxy skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, dialkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkoxyly, aminokarbonylovou skupinu, alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkyly, dialkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly, nesubstituovanou fenylovou skupinu, substituovanou fenylovou skupinu, nesubstituovaný heterocyklický zbytek a substituovaný heterocyklický zbytek, nebo značí heterocyklický se 3, 4, 5 nebo 6 atomy v kruhu a s kyslíkovým atomem jako heteroatomem kruhu, přičemž tento zbytek je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo něko-

lika zbytky ze skupiny alkylových skupin s 1 až 4 uhlíkovými atomy,

R² značí zbytek COR⁴, CO-OR⁵, CO-NR⁶R⁷ nebo SO₂-R⁸,

R³ značí vodíkový atom nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy,

R⁴ značí vodíkový atom, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 4 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, kyanoskupinu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, dialkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkoxyly, aminokarbonylovou skupinu, alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkyly, dialkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly, nesubstituovanou fenylovou skupinu a substituovanou fenylovou skupinu, nebo značí fenylovou skupinu, která je nesubstituovaná nebo substituovaná,

R⁵ má význam zbytku R⁴ kromě vodíku,

R⁶ a R⁷ značí nezávisle na sobě vodíkový atom, alkylovou

skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, jako je fluor, chlor a brom, kyanoskupinu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxy- skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, dialkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkoxyly, aminokarbonylovou skupinu, alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkyly a dialkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly, nebo

R⁶ a R⁷ společně s dusíkovým atomem, na který jsou vázané, značí nesubstituovaný nebo substituovaný heterocyklický kruh ze čtyř až osmi atomů kruhu, který zahrnuje substituenty s až 18 uhlíkovými atomy, výhodně s až 12 uhlíkovými atomy,

R⁸ značí alkylovou skupinu s 1 až 5 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze dvou posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxy- skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy a dialkylaminoskupinu s

1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu,

M^+ značí ekvivalent alkalického kovu nebo kovu alkalické zeminy, jako je Na^+ , K^+ , $\frac{1}{2}Mg^{2+}$ a $\frac{1}{2}Ca^{2+}$, nebo NH_4^+ , $\frac{1}{2}Zn^{2+}$, $R^0_2NH_2^+$, $R^0NH_3^+$, $R^0_3NH^+$ nebo $R^0_4N^+$,

R^0 značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy nebo benzylovou skupinu,

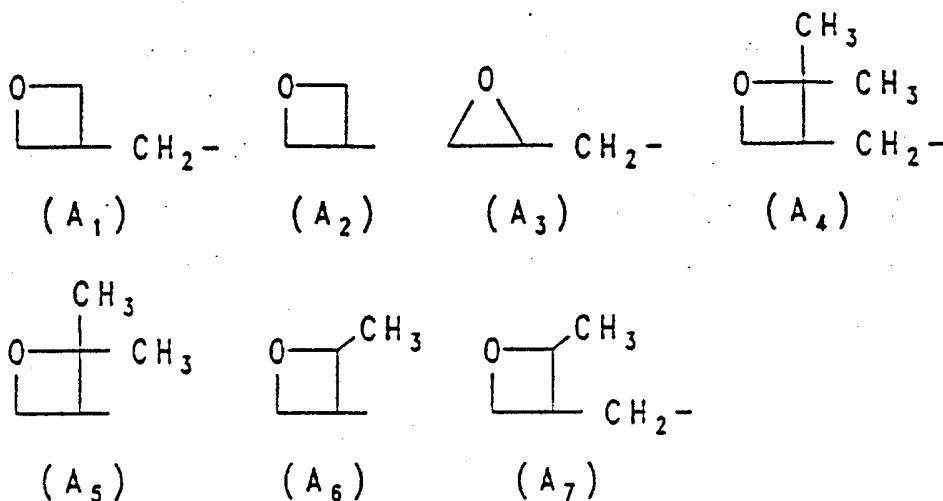
X a Y značí nezávisle na sobě atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylthioskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků může být nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy a alkylthioskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, nebo značí cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy, alkinyloxyskupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy a monoalkylaminoskupinu nebo dialkylaminoskupinu se vždy 1 až 4 uhlíkovými atomy a

Z značí skupinu CH nebo dusíkový atom.

Výhodné jsou sloučeniny podle předloženého vynálezu obecného vzorce I, ve kterém

R^1 značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo něko-

lika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chloru, bromu nebo jodu, kyanoskupinu, methoxyskupinu, trifluormethoxyskupinu, dimethylaminoskupinu, methylylsulfonylovou skupinu SO_2CH_3 , methoxykarbonylovou skupinu CO_2CH_3 , dimethylaminokarbonylovou skupinu $\text{CO}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ a fenylovou skupinu, nebo zbytek vzorce A_1 až A_7



R^2 značí zbytek COR^4 , CO-OR^5 , $\text{CO-NR}^6\text{R}^7$ nebo $\text{SO}_2\text{-R}^8$,

R^3 značí vodíkový atom nebo methylovou skupinu,

R^4 značí vodíkový atom, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 4 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chloru, bromu nebo jodu, kyanoskupinu, methoxyskupinu, trifluormethoxyskupinu, dimethylaminoskupinu, methylylsulfonylovou skupinu SO_2CH_3 ,

methoxykarbonylovou skupinu CO_2CH_3 , dimethylaminokarbonylovou skupinu $\text{CON}(\text{CH}_3)_2$ a fenylovou skupinu, nebo značí fenylovou skupinu, která je nesubstituovaná nebo až třikrát substituovaná stejnými nebo různými zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, methylovou skupinu, ethylovou skupinu, methoxyskupinu, ethoxyskupinu, trifluormethylovou skupinu, chlorethylovou skupinu, trifluormethoxyskupinu nebo difluormethoxyskupinu,

R^5 má význam zbytku R^4 kromě vodíku,

R^6 a R^7 značí nezávisle na sobě vodíkový atom, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chloru a bromu, kyanoskupinu, methoxyskupinu, trifluormethoxyskupinu, dimethylaminoskupinu, methylsulfonylovou skupinu, methoxykarbonylovou skupinu a dimethylaminokarbonylovou skupinu a

R^8 značí alkylovou skupinu s 1 až 5 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze dvou posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chloru a bromu, methoxyskupinu nebo dimethylaminoskupinu.

Výhodné jsou sloučeniny podle předloženého vynálezu

obecného vzorce I , ve kterém

- R^1 značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, výhodně methylovou skupinu, nebo
- R^2 značí skupinu $CO-R^4$, výhodně CHO , $CO-CH_3$, $CO-CH_2CH_3$, cyklopropylkarbonylovou skupinu, isopropylkarbonylovou skupinu nebo terc.-butylkarbonylovou skupinu, nebo
- R^2 značí skupinu $CO-OR^5$, výhodně $COOCH_3$, $COOC_2H_5$ a $COOCH_2CH_2Cl$, nebo
- R^2 značí skupinu $CO-NR^6R^7$, výhodně $CONH_2$, $CONHCH_3$, $CONHC_2H_5$ a $CON(CH_3)_2$, nebo
- R^2 značí skupinu SO_2-R^8 , výhodně SO_2CH_3 , $SO_2C_2H_5$, SO_2CH_2F a SO_2CH_2Cl , nebo
- R^3 značí vodíkový atom, nebo
- M^+ značí Na^+ , K^+ , $\frac{1}{2}Mg^{2+}$, $\frac{1}{2}Ca^{2+}$, NH_4^+ , $H_2NEt_2^+$, $H_3NC_4H_9^+$, $NH(C_2H_5)_3^+$, $N(C_2H_5)_4^+$, $HN(CH_3)_3^+$, výhodně Na^+ , K^+ , $\frac{1}{2}Mg^{2+}$, $\frac{1}{2}Ca^{2+}$, NH_4^+ a $NH(C_2H_5)_3^+$, nebo
- R^0 značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, výhodně isopropylovou skupinu, methylovou skupinu, ethylovou skupinu, n-propylovou skupinu a n-butylovou skupinu, nebo
- X,Y značí skupinu OCH_3 , OC_2H_5 , SCH_3 , $NHCH_3$, $N(CH_3)_2$, CH_3 a OCH_2CF_3 , obzvláště OCH_3 , Me nebo Cl , nebo

s kombinací výše uvedených výhodných zbytků.

Obzvláště výhodné jsou sloučeniny podle předloženého vynálezu obecného vzorce I, ve kterém

R¹ značí methylovou skupinu,

R² značí skupinu CO-CH₃, CO-CH₂CH₃, isopropylkarbonylovou skupinu, skupinu COOCH₃ a COOC₂H₅, obzvláště skupinu COCH₃, COCH₂CH₃ nebo COOCH₃,

R³ značí vodíkový atom a

jeden ze zbytků X a Y značí atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy, alkoxy- skupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy, alkylthioskupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy, přičemž každý z tří posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxy skupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy a alkylthioskupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy a dále značí monoalkylaminoskupinu nebo dialkylaminoskupinu se vždy 1 až 2 uhlíkovými atomy v alkyly, výhodně atom halogenu, methylovou skupinu nebo methoxyskupinu a

druhý ze zbytků X a Y značí alkylovou skupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy, haloalkylovou skupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy, alkoxy skupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy, haloalkoxy skupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy nebo alkylthioskupinu s 1 až 2 uhlíkovými atomy, výhodně methylovou skupinu nebo methoxy skupinu a

Z značí skupinu CH nebo dusíkový atom, výhodně skupinu CH .

Jako příklady sloučenin podle předloženého vynálezu je možno uvést obzvláště sloučeniny obecného vzorce I , ve kterém

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,
X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina, Z = CH
a M^+ = Na^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,
X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina, Z = CH
a M^+ = K^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,
X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina, Z = CH
a M^+ = NH_4^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,
X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 M^+ = Na^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,
X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 M^+ = K^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,
X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 M^+ = NH_4^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,
X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 M^+ = Na^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = acetylová skupina, R^3 = H,

X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 $M^+ = K^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ acetylová skupina, $R^3 = H$,
X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 $M^+ = NH_4^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ propionylová skupina, $R^3 = H$,
X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina, Z = CH
a $M^+ = Na^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ propionylová skupina, $R^3 = H$,
X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 $M^+ = Na^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ propionylová skupina, $R^3 = H$,
X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH a
 $M^+ = Na^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ acetylová skupina, $R^3 = H$,
X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina, Z = CH
a $M^+ = NH(C_2H_5)_3^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ acetylová skupina, $R^3 = H$,
X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina, Z = CH
a $M^+ = NH(C_2H_3)_4^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ methoxykarbonylová skupina,
 $R^3 = H$, X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina,
Z = CH a $M^+ = Na^+$;

$R^1 =$ methylová skupina, $R^2 =$ methoxykarbonylová skupina,
 $R^3 = H$, X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina,

Z = CH a $M^+ = Na^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina,
Z = CH a $M^+ = NH_4^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina,
Z = CH a $M^+ = Na^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina,
Z = CH a $M^+ = K^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina,
Z = CH a $M^+ = NH_4^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH
a $M^+ = Na^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH
a $M^+ = K^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH
a $M^+ = NH_4^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = ethoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina,
Z = CH a $M^+ = Na^+$;

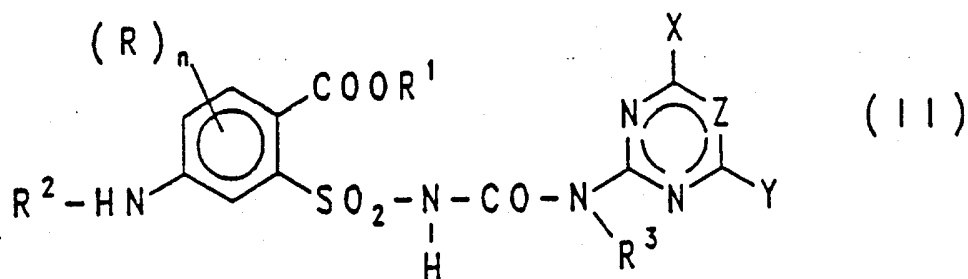
R^1 = methylová skupina, R^2 = ethoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methylová skupina,
Z = CH a M^+ = Na^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = ethoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methylová skupina, Y = methylová skupina, Z = CH
a M^+ = Na^+ ;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina,
Z = CH a M^+ = $NH(C_2H_5)_3^+$;

R^1 = methylová skupina, R^2 = methoxykarbonylová skupina,
 R^3 = H, X = methoxylová skupina, Y = methoxylová skupina,
Z = CH a M^+ = $N(CH_3)_4^+$;

Předmětem předloženého vynálezu je dále způsob výroby
fenylsulfonylmočoviny obecného vzorce I, jehož podstata
spočívá v tom, že se nechá reagovat sloučenina obecného
vzorce II



ve kterém mají R , R^1 , R^2 , R^3 , X, Y, Z a n výše uvedený
význam,

s vhodnou basí obecného vzorce III



ve kterém má M^+ výše uvedený význam a

X^- značí ekvivalent aniontu, jako je například ^-OH ,
 $\frac{1}{2}CO_3^{2-}$, ^-O -alkyl s 1 až 4 uhlíkovými atomy, ^-O -aryl
nebo H^- ,

nebo v případě amoniové soli se nechá reagovat odpovídajícím způsobem s amoniakem nebo s organickým aminem, výhodně se sloučeninou obecného vzorce IV



ve kterém má R^0 výše uvedený význam a

m značí číslo 0, 1, 2 nebo 3 .

Reakce sloučenin obecného vzorce II s basemi vzorce III , popřípadě aminy vzorce IV na soli obecného vzorce I probíhá výhodně v inertních rozpouštědlech, jako je například dichlormethan, acetonitril, dioxan, tetrahydrofuran, N-methylpyrrolidon, dimethylformamid, voda nebo alkoholy, jako je například methylalkohol, ethylalkohol nebo isopropylalkohol, nebo také ve směsích rozpouštědel, při teplotě v rozmezí $-20\text{ }^\circ\text{C}$ až teplota varu použitého rozpouštědla, výhodně v rozmezí $-10\text{ }^\circ\text{C}$ až $80\text{ }^\circ\text{C}$.

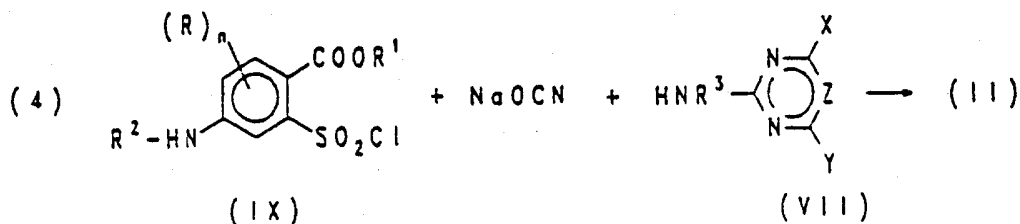
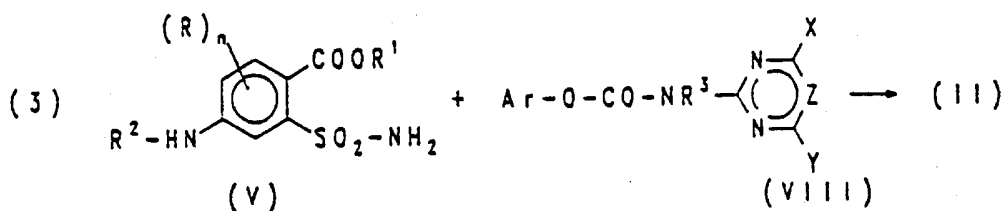
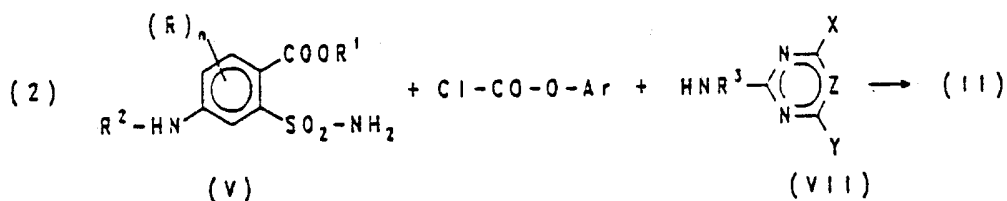
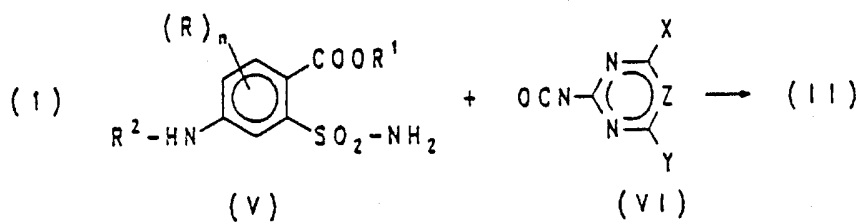
Získání solí obecného vzorce I ze sulfonylmočoviny obecného vzorce II se může také provádět přidavkem vhodných basí k formulačním pomocným látkám nebo v tankové směsi, to znamená, že jsou sloučeniny obecného vzorce I tvořené te-

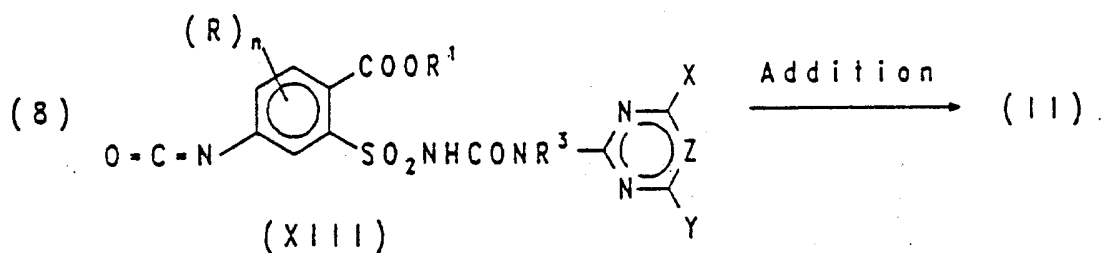
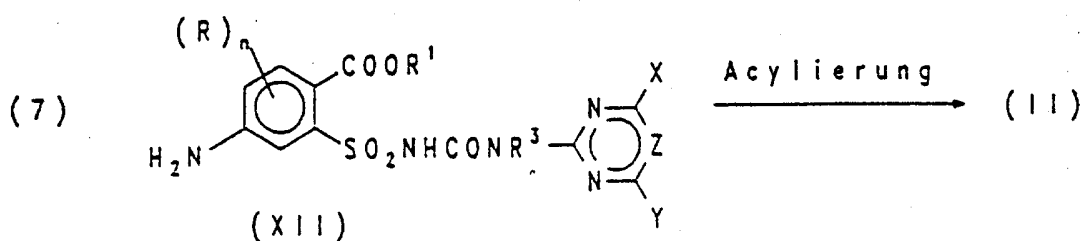
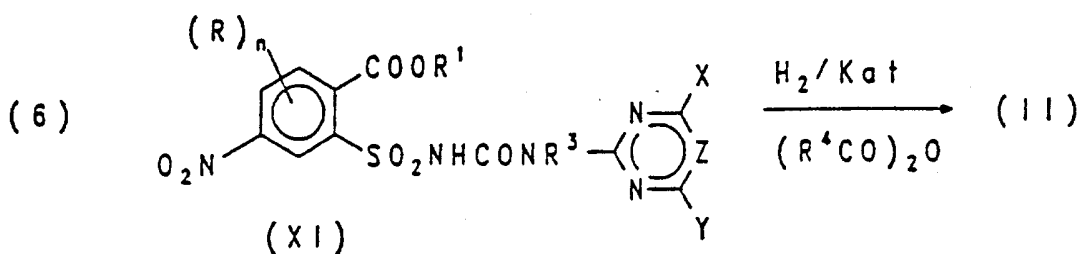
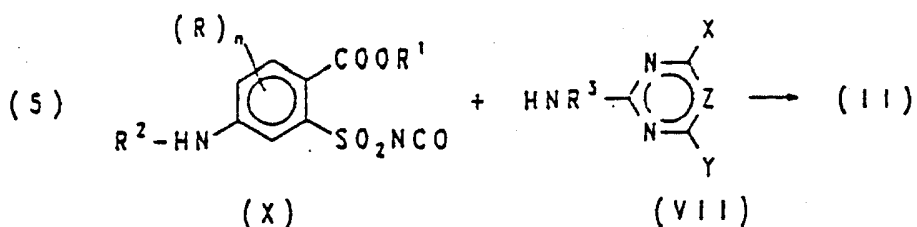
prve během formulace nebo krátce před aplikací v tankové směsi ze sulfonylmočovín obecného vzorce II .

Sloučeniny obecného vzorce II jsou známe z uvedené literatury, nebo mohou být vyrobené analogicky jako ve zde popsaných postupech.

Následující reakční sekvence (1) až (8) jsou příklady pro různé možnosti přípravy meziproductů obecného vzorce II :

Schema 1 : Možnosti syntesy sloučenin obecného vzorce II



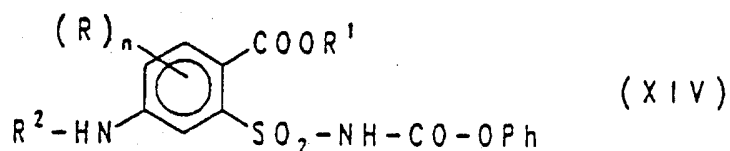


Ve vzorcích V až XIII mají R, R¹, R², R³, X, Y, Z a n výše uvedený význam, přičemž v reakční sekvenci (6) R² = COR⁴ a v reakčních sekvencích (7) a (8) musí být zvoleno acylační činidlo, popřípadě addiční reagentie obvyklým způsobem podle významu R².

Reakce sloučenin obecného vzorce V s isokyanáty obecného vzorce VI probíhá analogicky jako je popsáno v literatuře (EP-A-232 067, EP-A-166 516) při teplotě v rozmezí -10 °C až 150 °C, výhodně 20 °C až 100 °C, v inertním rozpouštědle, jako je například aceton nebo

acetonitril, za přítomnosti vhodné base, jako je například triethylamin nebo uhličitán draselný (schema 1, (1)).

Reakce sulfonamidů obecného vzorce V s arylesterem kyseliny chlormravenčí a heterocyklickými aminy vzorce VII poskytuje sulfonylmočoviny obecného vzorce II (viz US-A 4 994 571) . Nejprve se vytvoří ze sulfonamidů vzorce V a například fenylesteru kyseliny chlormravenčí odpovídající sulfonylkarbamáty vzorce XIV za přítomnosti vhodné base, jako je například triethylamin nebo uhličitán draselný. Sloučeniny obecného vzorce II se dají zreagovat s heterocyklickými aminy na sulfonylmočoviny obecného vzorce II (schema 1 (2)).



Heterocyklické karbamáty obecného vzorce VIII reagují se sulfonamidy obecného vzorce II za přítomnosti vhodné base, jako jsou například organické dusíkaté base (například 1,8-diazabicyklo[5.4.0]undec-7-en (DBU) nebo triethylamin) , uhličitany (například uhličitán draselný a uhličitán sodný) , alkoholáty (například ethanolát sodný a ethanolát draselný) nebo fenoláty (například ethanolát sodný) , v inertních rozpouštědlech, jako je například acetonitril, methylenchlorid, dioxan nebo tetrahydrofuran, při teplotě v rozmezí -10°C až teplota varu použitého rozpouštědla. Pro reakci potřebné karbamáty jsou známe z literatury nebo se dají vyrobit analogicky, jako je v literatuře popsáno (viz EP-A-70 804 ; US-A-4 480 101 ;

EP-A 562 575 ; EP-A-562 576) (viz schema 1, (3)).

Reakce sulfochloridů vzorce IX s aminoheterocykly vzorce VII a kyanáty, jako je natriumkyanát a kaliumkyanát, se provádí například v aprotických rozpouštědlech, jako je acetonitril, popřípadě za přítomnosti basí, například 0,5 až 2 ekvivalentů basí, nebo v basických aprotických rozpouštědlech, při teplotě v rozmezí -10°C až 100°C , výhodně -10°C až 60°C , obzvláště 15°C až 40°C . Jako base nebo basická aprotická rozpouštědla přicházejí v úvahu například pyridin, pikolin nebo lutidin nebo jejich směsi (viz US-A-5 157 119) (schema 1, (4)).

Fenylsulfonylisokyanáty obecného vzorce X se dají vyrobit například analogicky jako je popsáno v EP-A-184 385 ze sloučenin vzorce V, například reakcí s fosgenem. reakce sloučenin obecného vzorce X s aminoheterocykly vzorce VII se provádí výhodně v inertním aprotickém rozpouštědle, jako je například dioxan, acetonitril nebo tetrahydrofuran, při teplotě v rozmezí 0°C až teplota varu rozpouštědla (schema 1, (5)).

Uváděné syntesy sulfonylmočoviny obecného vzorce II podle schema 1, (1) až (5) jsou nové a jsou rovněž předmětem předloženého vynálezu. Předmětem předloženého vynálezu je také způsob výroby meziproduktů obecného vzorce II, jehož podstata spočívá v tom, že se nitrosubstituovaná fenylsulfonylmočovina obecného vzorce $(\text{R}^4\text{CO})_2\text{O}$ katalyticky hydrogenuje na nitroskupině a nechá se reagovat s acylačním činidlem (schema 1, (6)).

Katalytická hydrogenace nitroskupiny může probíhat analogicky jako známé katalytické hydrogenace vodíkem za

přítomnosti vhodného hydrogenačního katalysátoru, například ze skupiny VIII periodického systému prvků, jako je nikl, platina, palladium a rhodiun, přičemž se však hydrogenace provádí za přítomnosti acylačního činidla, se kterým se má na aminoskupinu zredukovaná nitroskupina acylovat. Při provádění se například suspense ze sloučeniny obecného vzorce XI, vhodného anhydridu, jako je například anhydrid kyseliny octové a vhodného katalysátoru jako je například Raney-nikl nebo palladium na uhlí, míchá pod vodíkovou atmosférou při tlaku vodíku například 0,1 až 10 MPa, výhodně 0,1 až 1,0 MPa. Reakce se může provádět také za přídavku inertního rozpouštědla, jako je například kyselina octová, kyselina propionová, dimethylformamid, N-methylpyrrolidon nebo dimethylamid kyseliny octové. Hydrogenolýsa nitroskupiny sloučenin obecného vzorce XI za přítomnosti anhydridů kyselin (schema 1, (6)) umožňuje výrobu sulfonylmočoviny obecného vzorce II podle nového a vynálezceckého způsobu, který představuje výhodně krátkou syntetní cestu s překvapivě dobrými výtěžky.

Vedle toho existují dva další způsoby získávání sloučenin obecného vzorce II; viz schema 1, (7) a (8). Tyto způsoby jsou popsány v literatuře (US-A-4 892 946).

Uvedených osm způsobů syntesy sloučenin obecného vzorce II (schema 1) se dá přímo kombinovat s deprotonací pro výrobu solí obecného vzorce I, například izolací solí obecného vzorce I z basického reakčního media namísto neutrálních sloučenin obecného vzorce II, které se získají z neutrálního, popřípadě kyselého reakčního media. vhodné jednonádobové syntesy se vyznačují například přídavkem vhodných basí, jako je například uhličitan sodný, hydroxid sodný, methylát sodný a podobně k reakčním směsím ze získá-

vání sloučenin obecného vzorce II a následujícím izolováním solí obecného vzorce I. Tyto způsoby pro přímé získávání sloučenin obecného vzorce I jsou rovněž nové a jsou předmětem předloženého vynálezu.

Pod pojmem, označovaným v předchozích variantách způsobu jako "inertní rozpouštědla", se rozumí vždy rozpouštědla, která jsou za daných reakčních podmínek inertní, avšak nemusí být inertní za jakýchkoliv libovolných reakčních podmínek.

Sloučeniny podle předloženého vynálezu obecného vzorce I mají výbornou herbicidní účinnost proti širokému spektru hospodářsky důležitých jednoděložných a dvouděložných škodlivých rostlin. Také těžko hubitelné vytrvalé plevely, které vyrážejí z rhizomů, oddenků nebo jiných trvalých orgánů, se pomocí účinné látky dobře vyhubí. Při tom je stejné, zda se substance aplikují před setbou, před vzejitím nebo po vzejití. Jednotlivě jsou jmenováni například někteří zástupci jednoděložných a dvouděložných plevelů, které je možno kontrolovat pomocí sloučenin podle předloženého vynálezu, bez toho, že by toto jmenování mělo znamenat omezení pouze na tyto určité druhy.

Na straně jednoděložných plevelů se dobře hubí například druhy Avena, Lolium, Alopecurus, Phalaris, Echinochloa, Digitaria, Setaria a Cyperus z annuellní skupiny a na straně vytrvalých druhů druhy Agropyron, Cynodon, Imperata a Sorghum a také vytrvalé druhy Cyperus.

U dvouděložných plevelů pokrývá spektrum účinku druhy například Gallium, Viola, Veronica, Lamium, Stellaria, Amaranthus, Sinapsis, Ipomoea, Matricaria, Abutilon a Sida

z annuellní skupiny, jakož i Convolvulus, Cirsium, Rumex a Artemisia u vytrvalých plevelů.

Plevely, vyskytující se za specifických podmínek pěstování rýže, například Sagittaria, Alisma, Eleocharis, Scirpus a Cyperus, se rovněž výborně hubí pomocí účinných látek podle předloženého vynálezu .

Když se sloučeniny podle předloženého vynálezu aplikují na povrch půdy před vyklíčením, tak se buď výhonky zárodků plevelů úplně zničí, nebo plevely rostou až do stadia děložních lístků, jejich růst se však potom zastaví a nakonec úplně zhynou po uplynutí tří až čtyř týdnů .

Při aplikaci účinných látek na zelené části rostlin při postupu po vzejití rostliny nastává rovněž velmi rychle po ošetření drastické zastavení růstu a rostliny plevelů zůstanou stát v růstovém stadiu, dosaženém v okamžiku aplikace, nebo zcela uhynou po určité době, takže se tímto způsobem velmi rychle a důkladně odstraní konkurence plevelů, škodlivá pro kulturní rostliny.

Ačkoliv sloučeniny podle předloženého vynálezu vykazují výbornou herbicidní aktivitu vůči jednoděložným a dvouděložným plevelům, nejsou jimi kulturní rostliny hospodářsky důležitých kultur, jako je například pšenice, ječmen, žito, rýže, kukuřice, cukrová řepa, bavlna a soja, poškozovány vůbec, nebo pouze nepodstatně. Uvedené sloučeniny jsou z tohoto důvodu velmi dobře vhodné pro selektivní ošetření nežádoucího růstu rostlin v zemědělských užitkových rostlinách.

Kromě toho mají látky podle předloženého vynálezu vý-

razné růstově regulační vlastnosti u kulturních rostlin. Působí regulačně v pro rostliny vlastní látkové výměně a mohou se tedy použít k cílenému ovlivnění obsahových látek v rostlinách a k ulehčení sklizně, například vyvoláním desikkace a zastavením růstu. Za další jsou také vhodné pro zásadní řízení a potlačování nežádoucího vegetativního růstu, bez toho, že by se při tom rostliny zahubily. Potlačení vegetativního růstu hraje u mnoha jednoděložných a dvouděložných kultur značnou roli, neboť tím se může snížit nebo úplně zamezit skladování.

Sloučeniny podle předloženého vynálezu se mohou používat ve formě postřikových prášků, emulgovatelných koncentrátů, stříkatelných roztoků, poprašů nebo granulátů v obvyklých přípravcích. Předmětem předloženého vynálezu jsou tedy také herbicidní a růstově regulační prostředky, které obsahují sloučeniny obecného vzorce I nebo jejich soli.

Sloučeniny obecného vzorce I nebo jejich soli se mohou formulovat na různé typy, vždy podle toho, jaké jsou předem dané biologické a/nebo fyzikálně-chemické parametry. Jako možnosti formulace přichází například v úvahu postřikový prášek (WP) , ve vodě rozpustný prášek (SP) , ve vodě rozpustné koncentráty, emulgovatelné koncentráty (EC) , emulze (EW) , jako jsou emulze typu voda v oleji a olej ve vodě, stříkatelné roztoky, suspenzní koncentráty (SC) , disperse na bázi oleje nebo vody, s olejem mísitelné roztoky, kapslové suspence (CS) , popraše (DP) , mořidla, granuláty pro rozmetací a půdní aplikaci, granuláty (GR) ve formě mikrogranulátů, postřikových granulátů, potahovaných granulátů a adsorpčních granulátů, ve vodě dispergovatelné granuláty (VG) , ve vodě rozpustné granuláty (SG) , ULW-formulace, mikrokapsle a vosky.

Tyto jednotlivé typy formulací jsou v principu známé a jsou například popsány v publikacích Winnacker-Küchler, "Chemische Technologie", díl 7, C. Hauser Verlag München, 4. vyd. 1986 ; Wade van Valkenburg, "Pesticide Formulations", Marcel Dekker, N.Y., 1973 ; K. Martens, "Spray Drying" Handbook, 3. ed. 1979, G. Goodwin Ltd. London.

Nutné pomocné prostředky pro uvedené formulace, jako jsou inertní materiály, tensidy, rozpouštědla a další přísady, jsou rovněž známé a jsou popsány například v publikacích : Watkiuns, "Handbook of Insecticide Dust Diluent and Carriers", 2. ed., Darland Books, Caldwell N.J. ; H.v.Olphen, "Introduction to Clay Colloid Chemistry", 2. ed., J. Wiley & Sons, N.Y. ; C. Marsden, "Solvents Guide", 2. ed., Interscience, N.Y. 1963 ; McCutcheon's "Detergents and Emulsifiers Annual", MC Publ. Corp., Ridgewood N.J. ; Sisley and Wood, "Encyclopedia of Surface Active Agents", Chem. Publ. Co. Inc., N.Y. 1964 ; Schönfeldt, "Grenzflächenaktive Äthylenoxidaddukte", Wiss. Verlagsgesellschaft, Stuttgart 1976 ; Winnacker-Küchler, "Chemische Technologie", díl 7, C. Hauser Verlag München, 4. vyd. 1986.

Na bázi těchto formulací se dají vyrobit také kombinace s jinými pesticidně účinnými látkami, jako jsou například insekticidy, akaricidy, herbicidy, fungicidy, ochranné látky, hnojiva a/nebo růstové regulátory, například ve formě hotových přípravků nebo tankových směsí.

Postřikové prášky jsou ve vodě rovnoměrně dispergovatelné preparáty, které vedle účinné látky obsahují kromě zředovací nebo inertní látky ještě tensidy ionogenního a/nebo neionogenního typu (smáčedla, dispergační činidla),

například polyoxyethylované alkyfenoly, polyoxyethylované mastné alkoholy, polyoxyethylované mastné aminy, polyglykol-ethersulfáty mastných alkoholů, alkansulfonáty, alkybenzen-sulfonáty, sodné soli ligninových kyselin, sodná sůl 2,2'-dinaftylmethan-6,6'-disulfonové kyseliny, sodná sůl kyseliny dibutylnaftalen-sulfonové nebo také sodná sůl kyseliny oleylmethyltaurové. Pro výrobu postřikových prášků se herbicidně účinná látka jemně rozemele například v obvyklé aparatuře, jako je kladivový mlýn, bublinkový mlýn nebo mnlýn se vzduchovým paprskem a současně nebo potom se smísí s pomocnými prostředky.

Emulgovatelné koncentráty se vyrobí rozpuštěním účinné látky v organickém rozpouštědle, jako je například butylalkohol, cyklohexanon, dimethylformamid, xylen, nebo také výševroucí aromáty nebo uhlovodíky nebo směsi organických rozpouštědel za přídavku jednoho nebo více tensidů ionogenního a/nebo neionogenního typu (emulgátory). Jako emulgátory se mohou například použít vápenaté soli alkyarylsulfonových kyselin, jako je dodecylbenzensulfonát vápenatý, nebo neionogenní emulgátory, jako jsou polyglykol-estery mastných kyselin, alkylylarylpolyglykolethery, polyglykolethery mastných alkoholů, kondenzační produkty propylenoxidu a ethylenoxidu, alkylylarylpolyethery, sorbitanestery, jako jsou například estery mastných kyselin a sorbitolu, nebo polyoxyethylensorbitanestery, jako estery mastných kyselin a polyoxyethylensorbitolu.

Popraše se získají rozemletím účinné látky s jemně rozmělněnými pevnými látkami, jako je například mastek, přírodní zeminy, jako je kaolin, bentonit nebo pyrofyllit, nebo také křemelina.

Suspensní koncentráty mohou být na basi vody nebo oleje. Mohou se například vyrobit mokrým mletím pomocí na trhu obvyklých perlových mlýnů a popřípadě za přídavku tensidů, které byly například již výše uvedené u jiných typů formulací.

Emulze, například typu olej ve vodě (EW) , se dají vyrobit například pomocí míchadel, koloidních mlýnů a/nebo statických mísičů, za použití vodných organických rozpouštědel a popřípadě tensidů, které byly například již výše uvedené u jiných typů formulací.

Granuláty se mohou vyrobit buď rozstříkáním účinné látky na adsorpce schopný, granulovaný inertní materiál, nebo nanesením koncentrátu účinné látky pomocí lepidel, například polyvinylalkoholu, polyakrylátu sodného nebo také minerálních olejů, na povrch nosných látek, jako je písek, kaolinit nebo granulovaný inertní materiál. Také se mohou vhodné účinné látky granulovat způsobem obvyklým pro výrobu granulovaných hnojiv, popřípadě ve směsi s hnojivem.

Ve vodě dispergovatelné granuláty se zpravidla vyrábějí pomocí obvyklých způsobů, jako je sprejové sušení, granulace ve vířivém loži, talířová granulace, mísení ve vysokorychlostních mísičích a extruze bez pevného inertního materiálu.

Agrochemické přípravky obsahují zpravidla 0,1 až 99 % hmotnostních, obzvláště 0,1 až 95 % hmotnostních účinné látky obecného vzorce I nebo jejích solí.

V postřikových práscích činí koncentrace účinné látky například asi 10 až 90 % hmotnostních, zbytek do 100 %

hmotnostních sestává z obvyklých součástí formulací. U emulgovatelných koncentrátů může koncentrace účinné látky činit asi 1 až 90 % hmotnostních, výhodně 5 až 80 % hmotnostních. Práškovité formulace obsahují 1 až 30 % hmotnostních, výhodně většinou 5 až 20 % hmotnostních účinné látky. Stříkatelné roztoky obsahují asi 0,05 až 80 % hmotnostních, výhodně 2 až 50 % hmotnostních účinné látky. U ve vodě dispergovatelných granulátů závisí obsah účinné látky zčásti na tom, zda se účinná sloučenina vyskytuje v kapalném nebo pevném stavu a na tom, jaké se použije granulační pomocné činidlo, plnidlo a podobně. U ve vodě dispergovatelných granulátů je obsah účinné látky například v rozmezí 1 až 95 % hmotnostních, výhodně 10 až 80 % hmotnostních.

Vedle uvedeného obsahují formulace účinných látek popřípadě odpovídající obvyklé látky zprostředkující přilnavost, smáčedla, dispergační činidla, emulgátory, penetrační činidla, konzervační prostředky, protimrazové prostředky a rozpouštědla, plnidla, nosiče a barviva, odpěňovadla, látky potlačující odpařování a látky ovlivňující hodnotu pH a viskozity.

Jako kombinační partnery pro účinné látky podle předloženého vynálezu ve směsných formulacích nebo v tankových směsích je možno uvést například známé účinné látky, které jsou popsány v publikaci Weed Research 26, 441-445 (1986) nebo "The Pesticide Manual", 9. ed., The British Crop Protection Council, 1990/91, Bracknell, England a ve zde citované literatuře. Jako z literatury známé herbicidy, které je možno kombinovat se sloučeninami obecného vzorce I, je možno jmenovat následující účinné látky (poznámka : Sloučeniny jsou označeny buď pomocí tzv. "common

name" podle mezinárodní organizace pro standardisaci (ISO), nebo pomocí chemického názvu, popřípadě s obvyklým číslem kódu) :

Acetochlor ; acifluorfen; aclonifen; AKH 7088, t.j. kyselina [[[1-[5-[2-chloro-4-(trifluoromethyl)-phenoxy]-2-methoxyethylidene]-amino]-oxy]-octová a methylester kyseliny [[[1-[5-[2-chloro-4-(trifluoromethyl)-phenoxy]-2-methoxyethylidene]-amino]-oxy]-octové;alachlor; alloxydim; ametryn; amidosulfuron; amitrol; AMS, t.j. ammoniumsulfamát; anilofos; asulam; atrayin; ayiprotryn; barban; BAS 516 H, t.j. 5-fluor-2-fenyl-4H-3,1-benyoxayin-4-on ; benayolin; benfluralin; benfuresate; bensulfuron-methyl; bensulide; bentazone; benzofenap; benzofluor; benzoylprop-ethyl; benzthiazuron; bialaphos; bifenox; bromacil; bromobutide; bromofenoxim; bromoxynil; bromuron; buminafos; busoxinone; brtachlor; butamifos; betenachlor; buthidazole; butralin; butylate; carbetamide; CDAA, t.j. 2-chlor-N,N-di-2-propenylacetamid; CDEC, t.j. 2-chlorallylester kyseliny diethyldithiocarbaminové ; CGA 184027, t. j. 2-[4-[(5-chlor-3-fluor-2-pyridinyl)-oxy]-fenoxy]-propanová kyselina a 2-propinylester 2-[4-[(5-chlor-3-fluor-2-pyridinyl)-oxy]-fenoxy]-propanové kyseliny; chlomethoxyfen; chloramben; chlorazifop-butyl,pirifenop-butyl; chlorbrumuron; chlorbufam; chlorfenac; chloroflurecol-methyl; chloridazon; chlorimuron ethyl; chlornitrofen; chlorotoluron; chloroxuron; chlorpropham; chlorsulfuron; chlorthal-dimethyl; chlorthiamid; cinmethylin; cinosulfuron; clethodim; clomazone; clomeprop; cloproxydim; clopyralid; cyanazine; cycloate; cycloxydim; cycluron; cyperquat; cyprazine; cyprazole; 2,4-DB; dalapon; desmediphan; desmetryn; di-allate; dicamba; dichlobenil; dichlorprop; diclofop-methyl; diethatyl; difenoxuron; difenzoquat; diflufenican;

dimefuron; dimethachlor; dimethametryn; dimethametryn;
dimethazone, clomayon; dimethipin; dimetrasulfuron,
cinosulfuron; dinitramine; dinoseb; dinoterb; diphenamid;
dipropetryn; diquat; dithiopyr; diuron; DNOC;
eglinazine-ethyl; EL 177, t. j. 5-kyano-1-(1,1-dimethyl-
ethyl)-N-methyl-3H-pyrazole-4-karboxamid; endothal; EPTC;
esprocarb; ethalfluralin; ethametsulfuron-methyl; ethidi-
muron; ethioziy; ethofumesate; F5231, t.j. N-[chlor-4-
-fluor-5-[4-(3-fluorpropyl)-4,5-dihydro-5-oxo-
-1H-tetrazol-1-yl]-fenyl]-ethansulfonamid; F6285, t. j.
1-[5-(N-methylsulfonyl)-amino-2,4-dichlorofenyl]-3-methyl-
-4-difluoromethyl-1,3,4-triazol-5-on; fenoprop; fenoxan, s.
clomayon; fenoxaprop-ethyl; fenuron; flamprop-methyl;
flayasulfuron; fluazifop a jeho esterderiváty; fluchloralin;
flumetsulam; N-[2,6-difluorfenyl]-5-methyl-(1,2,4)-tri-
azolo[1,5a]pyrimidin--2-sulfonamid; flumeturon; flumipropyn;
fluorodifen; fluoroglycofen-ethyl; fluridone; flurochlori-
done; fluroxypyr; flurtamone; fomesafen; fosamine; furyloxy-
fen; glufosinate; glyphosate; halosaten; haloxyfop a jeho
esterderiváty; hexazinone; Hw 52, t. j. N-(2,3-dichlor-
fenyl)-4-(ethoxymethoxy)-benyamid; imazamethabenz-methyl;
imazapyr; imazaqin; imazethamethayr; imazethapyr;
imazosulfuron; ioxynil; isocarbamid; isopropalin;
isoproturon; isouron; isoxaben; isoxapyrifop; karbutilate;
lactofen; lenacil; linuron; MCPA; MCPB; mecoprop; mefenacet;
mfluidid; metamitron; metayachlor; methabenzthiazuron;
metham; methazole; methoxyphenone; methyl dymron; metobromu-
ron; metolachlor; metoxuron; metribuzin; metsulfuron-met-
hyl; MH; molinate; monalide; monocarbamide dihydrogensul-
fate; monolinuron; monuron; MT 128, t.j. 6-chlor-N-(3--
chlor-2-propenyl)-5-methyl-N-fenyl-3-pyridayinamin; MT
5950; t. j. N-[3-chlor-4-(1-methylethyl)-fenyl]-2-met-
hylpentanamid; naproanilide; napropamide; naptalam; NC 310,

t. j. 4-(2,4-dichlorbenzoyl)-1-methyl-5-benzyloxy-pyrazol;
neburon; nicosulfuron; nipyraclorfen; nitralin; nitrofen;
nitrofluorfen; norflurazon; orbencarb; oryzalin; oxadiazon;
oxyfluorfen; paraquat; pebulate; pendimethalin; perfluidone;
phenisopham; phenmedipham; picloram; piperophos;
piributicarb; pirifenop-butyl; pretilachlor; primisulfuron-
methyl; procyazine; prodiamine; profluralin; proglinazine-
-ethyl; prometon; prometryn; propachlor; propanil;
propaquizafop a jeho esterderiváty; propazine; propham;
propyzamide; prosulfalin; prosulfalin; prosulfocarb; pryna-
chlor; pyrazolate; pyrazon; pyrazosulfuron-ethyl; pyra-
zoxifen; pyridate; wuinclorac; quinmerac; quinofop a jeho
esterderiváty, quizalofop a jeho esterderiváty; quizalofop-
ethyl; quizalofop-p-teruryl; renniduron; dymron; S 275,
t. j. 2-[4-chlor-2-fluor-5-(2-propynyloxy)-fenyl]-4,5,6,7-
-tetrahydro-2H-indazol; S 482, t. j.
2-[7-fluor-3,4-dihydro-3-oxo-4-(2-propynyl)-2H-1,4-benzoxazin-
-6-yl]-4,5,6,7-tetrahydro-1H-isoindol-1,3-(2H)-dion;
sebumeton; sethoxymid; siduron; simazine; simetryn; SN
106279, t. j. 2-[[7-[2-chlor-4-(trifluor-methyl)-fenoxy]-2-
-naftalenyl]-oxy]-propanová kyselina a methylester 2-[[7-
-[2-chlor-4-(trifluor-methyl)-fenoxy]-2-naftalenyl]-
-oxy]-propanové kyseliny; sulfometuron-methyl; sulfazuron;
flazasulfuron; TCA; tebutam; tebuthiuron; terbacil;
terbucarb; terbuchlor; terbumeton; terbuthylazine;
terbutryn; TFH 450, t. j. N,N-diethyl-3-[(2-ethyl-6-
-methylfenyl)-sulfonyl]-1H-1,2,4-triazol-1-karboxamid;
thiazafluron; thifensulfuron-methyl; thiobencarb; tiocar-
bayil; tralkoxydim; tri-allate; triasulfuron; triazofen-
amide; tribenuron-methyl; triclopyr; tridiphane trietazine;
trifluralin; trimeturon; vernolate a WL 110547, t. j.
5-fenoxy-1-[3-(trifluormethyl)-fenyl]-1H-tetrazol.

Pro použití se obchodní formy uvedených přípravků popřípadě obvyklým způsobem zředí, například u postřikových prášků, emulgovatelných koncentrátů, dispersí a ve vodě dispergovatelných granulátů pomocí vody, a potom se aplikují na rostliny, části rostlin, nebo na zemědělsky nebo průmyslově využívané půdy, na kterých rostliny stojí, nebo ze kterých vyrůstají, nebo kde se vyskytují jako setba. Práškovité přípravky, půdní nebo rozprašovací granuláty, jakož i stříkatelné roztoky se před použitím obvykle již neředí dalšími inertními látkami.

S vnějšími podmínkami, jako je teplota, vlhkost, typ použitého herbicidu, se mimo jiné mění potřebné aplikované množství sloučenin obecného vzorce I. Může se pohybovat v širokém rozmezí, například mezi 0,001 a 10,0 kg/ha nebo více aktivní substance, výhodně je však 0,005 až 5 kg/ha.

Příklady provedení vynálezu

A) Chemické příklady

- A1) 5-acetylamino-N-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-aminokarbonyl]-2-methoxykarbonyl-benzensulfonamid sodná sůl (tabulka 1, č. 1)

12,0 g 5-acetylamino-N-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-aminokarbonyl]-2-methoxykarbonyl-benzensulfonamidu (získaného podle US-A-4 892 946) se předloží do 80 ml dichlormethanu a smísí se se 26,5 ml 1 N hydroxidu sodného. Čirá směs se zahustí a rozmíchá se s malým množstvím

methylalkoholu. Získá se takto 10,5 g v názvu uvedené sloučeniny ve formě bezbarvé soli s teplotou tání 210 až 212 °C (rozklad).

A2) N-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-aminokarbonyl]-5-formylamino-2-methoxykarbonyl-benzensulfonamid sodná sůl (tabulka 1, č. 57)

1,40 g N-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-aminokarbonyl]-5-formylamino-2-methoxykarbonyl-benzensulfonamidu se předloží do 20 ml methylalkoholu a smísí se s 0,58 ml 30% roztoku methylátu sodného. Po třicetiminutovém míchání se methylalkohol oddestiluje. Získaný zbytek se za vysolého vakua vysuší a získá se takto 1,31 g požadované soli s teplotou tání 202 °C (rozklad).

A3) N-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-aminokarbonyl]-5-methoxykarbonylamino-2-methoxykarbonyl-benzensulfonamid sodná sůl (tabulka 1, č. 28)

0,5 g N-[(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)-aminokarbonyl]-5-methoxykarbonylamino-2-methoxykarbonyl-benzensulfonamidu se analogicky jako v příkladě 2 předloží do 13 ml methylalkoholu a nechá se reagovat s 0,20 ml 30% roztoku methylátu sodného na odpovídající sůl. Získá se takto 0,5 g požadované soli s teplotou tání 173 °C (rozklad).

Sloučeniny, popsané v následující tabulce 1, se získají analogicky, jako je popsáno ve výše uvedených příkladech.

V tabulce jsou použité následující zkratky :

t.t. = teplota tání

Et = ethyl

Me = methyl

Pr = ⁿPr = n-propyl

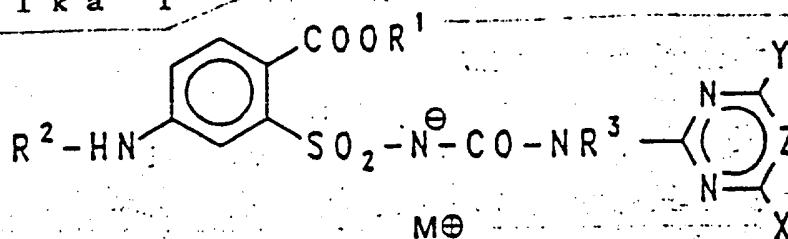
ⁱPr = isopropyl

^cPr = cyklopropyl

^tBu = terc.-butyl

(Z) = rozklad


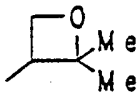
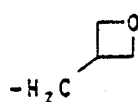
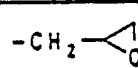
Tabulka 1



Pr.	R¹	R²	R³	M	X	Y	Z	t. t. °C
1	Me	CO-Me	H	Na	OMe	OMe	CH	210-212 (Z)
2	Me	CO-Me	H	K	OMe	OMe	CH	
3	Me	CO-Me	H	HNEt₃	OMe	OMe	CH	
4	Me	CO-Me	H	NMe₄	OMe	OMe	CH	
5	Me	CO-Me	H	NH₄	OMe	OMe	CH	
6	Me	CO-Me	H	Na	OMe	Me	CH	
7	Me	CO-Me	H	Na	Me	Me	CH	
8	Me	CO-Me	H	Na	Cl	OMe	CH	
9	Me	CO-Me	H	K	Cl	OMe	CH	
10	Me	CO-Me	H	Na	Me	OMe	N	
11	Me	CO-Me	H	K	Me	OMe	N	
12	Me	CO-Me	H	Na	OMe	OMe	N	
13	Me	CO-Me	H	K	OMe	OMe	N	
14	Me	CO-Me	H	Na	NMe₂	OCH₂CF₃	N	
15	Me	CO-Me	Me	Na	OMe	OMe	CH	
16	Me	CO-Me	Me	Na	OMe	Me	N	
17	Me	CO-Et	H	Na	OMe	OMe	CH	205 (Z)
18	Me	CO-Et	H	Na	Cl	OMe	CH	
19	Me	CO-Et	H	Na	Me	OMe	CH	
20	Me	CO-Et	H	Na	Me	Me	CH	

Pr.	R ¹	R ²	R ³	M	X	Y	Z	t.t.(°C)
21	Me	CO-Et	H	Na	OMe	OMe	N	
22	Me	CO-Et	H	Na	OMe	Me	N	
23	Me	CO-Et	H	K	OCH ₂ CF ₃	NMe ₂	N	
24	Me	CO-Pr	H	Na	OMe	OMe	CH	214-215 (Z)
25	Me	CO-Pr	H	K	OMe	OMe	CH	
26	Me	CO-nPr	H	Na	OMe	OMe	CH	
27	Me	CO-cPr	H	Na	OMe	OMe	CH	217 (Z)
28	Me	COOMe	H	Na	OMe	OMe	CH	173 (Z)
29	Me	COOMe	H	K	OMe	OMe	CH	
30	Me	COOMe	H	NMe ₄	OMe	OMe	CH	
31	Me	COOMe	H	NH ₄	OMe	OMe	CH	
32	Me	COOMe	H	Na	OMe	Me	CH	
33	Me	COOMe	H	Na	Cl	OMe	CH	
34	Me	COOMe	H	Na	Me	Me	CH	
35	Me	COOMe	H	Na	OMe	OMe	N	198 (Z)
36	Me	COOMe	H	K	OMe	OMe	N	
37	Me	COOMe	H	Na	OMe	Me	N	218-210 (Z)
38	Me	COOMe	H	K	OMe	Me	N	
39	Me	COOMe	H	K	OCH ₂ CF ₃	NMe ₂	N	
40	Me	COOMe	Me	Na	OMe	OMe	CH	
41	Me	COOMe	Me	Na	OMe	Me	N	
42	Me	COOEt	H	Na	OMe	Me	N	
43	Me	COOEt	H	K	OMe	Me	N	
44	Me	COOEt	H	NHEt ₃	OMe	Me	N	
45	Me	COOEt	H	Na	OMe	OMe	N	
46	Me	COOEt	H	Na	OMe	OMe	CH	

Ex.	R ¹	R ²	R ³	M	X	Y	Z	E.E.°Cl
47	Me	COOEt	H	Na	OMe	Me	CH	
48	Me	COOEt	H	Na	Me	Me	CH	
49	Me	COOEt	H	Na	Cl	OMe	CH	
50	Me	COOCH ₂ CH ₂ Cl	H	Na	OMe	OMe	CH	
51	Me	CO-NHEt	H	Na	OMe	OMe	CH	
52	Me	SO ₂ Me	H	Na	OMe	OMe	CH	
53	Me	SO ₂ Me	H	Na	OMe	Me	N	
54	Me	SO ₂ Me	H	Na	OMe	Cl	CH	
55	Me	SO ₂ NHMe	H	Na	OMe	Cl	CH	
56	Me	SO ₂ NHMe	H	Na	OMe	OMe	CH	
57	Me	CHO	H	Na	OMe	OMe	CH	202 (Z)
58	Me	CHO	H	Na	Cl	OMe	CH	
59	Me	CHO	H	Na	Me	OMe	CH	
60	Me	CHO	H	Na	Me	Me	CH	
61	Me	CHO	H	Na	OMe	OMe	N	
62	Me	CHO	H	Na	OMe	Me	N	
63	Me	CHO	H	Na	NMe ₂	OCH ₂ CF ₃	N	
64	Me	CO-CF ₃	H	Na	OMe	OMe	CH	212-215 (Z)
65	Me	CO-CF ₃	H	Na	OMe	Cl	CH	
66	Me	CO-CF ₃	H	Na	OMe	Me	CH	
67	Me	CO-CF ₃	H	Na	OMe	OMe	N	
68	Me	CO-CF ₃	H	Na	OMe	Me	N	
69	Et	CO-Me	H	Na	OMe	OMe	CH	
70	ⁿ Pr	CO-Me	H	Na	OMe	OMe	CH	
71	CH ₂ CH ₂ Cl	CO-Me	H	Na	OMe	OMe	CH	
72	Et	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	

Př.	R ¹	R ²	R ³	M	X	Y	Z	t.t. [°C]
73	Et	COCF ₃	H	Na	OMe	OMe	CH	
74	ⁿ Pr	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
75	ⁿ Pr	CO-CF ₃	H	Na	OMe	OMe	CH	
76		CO-CH ₃	H	Na	OMe	OMe	CH	
77	*	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
78		CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
79		CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
80	*	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
81		CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
82	*	CO-CH ₃	H	Na	OMe	OMe	CH	
83	CH ₂ CH ₂ Cl	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
84	CH ₂ CH ₂ F	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
85	CH ₂ CH ₂ - OMe	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	
86	CH ₂ CF ₃	CO-H	H	Na	OMe	OMe	CH	

(Z) = rozkl.

B) Příklady formulací

- a) Postřikový přípravek se získá tak, že se smísí 10 hmotnostních dílů sloučeniny obecného vzorce I a 90 hmotnostních dílů mastku jako inertní látky a rozmělní se v kladivovém mlýnu.
- b) Ve vodě lehce dispergovatelný, smáčitelný prášek se získá tak, že se smísí 25 hmotnostních dílů sloučeniny obecného vzorce I, 64 hmotnostních dílů kaolin obsahujícího křemene jako inertní látky, 10 hmotnostních dílů ligninsulfonátu draselného a 1 hmotnostní díl oleylmethyltaurátu sodného jako smáčedla a dispergačního prostředku a tato směs se rozemele v kuličkovém mlýnu.
- c) Ve vodě dispergovatelný dispersní koncentrát se získá tak, že se smísí 20 hmotnostních dílů sloučeniny obecného vzorce I se 6 hmotnostními díly alkylfenolpolyglykoetheru (^RTriton X 207), 3 hmotnostními díly isotridekanolpolyglykoetheru (8 EO) a 71 hmotnostními díly parafinického minerálního oleje (oblast teploty varu asi 255 °C až přes 277 °C) a tato směs se rozemele v kulovém mlýnu na jemnost pod 5 mikronů.
- d) Emulgovatelný koncentrát se získá z 15 hmotnostních dílů sloučeniny obecného vzorce I, 75 hmotnostních dílů cyklohexanonu jako rozpouštědla a 10 hmotnostních dílů oxethylovaného nonylfenolu jako emulgátoru.

e) Ve vodě dispergovatelný granulát se získá tak, že se smísí

75 hmotnostních dílů	sloučeniny obecného vzorce I .
10 hmotnostních dílů	ligninsulfonátu vápenatého,
5 hmotnostních dílů	natriumlaurylsulfátu,
3 hmotnostní díly	polyvinylalkoholu a
7 hmotnostní díly	kaolinu,

tato směs se rozemele v količkovém mlýnu a získaný prášek se granuluje ve vířivém loži za postřikování vodou jako granulární kapalinou.

f) Ve vodě dispergovatelný granulát se získá také tak, že se

25 hmotnostních dílů	sloučeniny obecného vzorce I ,
5 hmotnostních dílů	sodné soli kyseliny 2,2'-dinaftyl- methan-6,6'-disulfonové ,
2 hmotnostní díly	oleylmethyltaurátu sodného ,
1 hmotnostní díl	polyvinylalkoholu,
17 hmotnostních dílů	uhličitanu vápenatého a
50 hmotnostních dílů	vody,

homogenisuje v koloidním mlýnu a předběžně se rozmělní, potom se mele v perlovém mlýnu a takto získaná suspence se ve sprejové věži rozprašuje pomocí jednolátkové trysky a usuší se.

C) Biologické příklady

1. Působení na plevele před vzejitím

Semena, popřípadě oddenky jednoděložných a dvouděložných rostlin plevelů se vysadí do plastických hrnků do hlinitopísčité půdy a zakryjí se půdou. Sloučeniny podle předloženého vynálezu, formulované jako smáčitelné prášky nebo emulsní koncentráty se potom jako vodné suspense, popřípadě emulze, s použitým množstvím vody přibližně 600 až 800 l/ha aplikují v různých dávkách na povrch krycí zeminy.

Po ošetření se hrnky umístí do skleníku a udržují se zde za dobrých růstových podmínek pro plevely. Optická bonita rostlin, popřípadě jejich poškození po vzejití se provádí po vzejití těchto zkoušených rostlin po uplynutí pokusné doby 3 až 4 týdnů ve srovnání s neošetřenou kontrolou. Jak ukazují výsledky testů, mají sloučeniny podle předloženého vynálezu dobrou herbicidní účinnost před vzejitím vůči širokému spektru plevelných trav a plevelů. Například mají sloučeniny podle příkladů 1, 2, 17, 24, 27, 28, 35, 37, 57, 64, 72, 73, 74 a 75 z tabulky 1 velmi dobrou herbicidní účinnost vůči škodlivým rostlinám, jako je *Sinapis alba*, *Chrysanthemum segetum*, *Avena sativa*, *Stellaria media*, *Alopecurus myosuroides*, *Echinochloa crus-galli* a *Lolium multiflorum* při postupu před vzejitím a při použitím množství 0,3 kg a méně aktivní substance na hektar.

2. Působení na plevely po vzejití

Semena, popřípadě oddenky jednoděložných a dvouděložných rostlin plevelů se vysadí do plastických hrnků do hlinitopísčité půdy, zakryjí se půdou a umístí se ve skleníku za dobrých růstových podmínek. Tři týdny po vysazení

se pokusné rostliny ošetřují ve stadiu tří lístků.

Sloučeniny podle předloženého vynálezu, formulované jako postřikové prášky, popřípadě jako emulsní koncentráty, se za různého dávkování za použití aplikovaného množství vody přibližně 600 až 800 l/ha nastříkají na zelené části rostlin a po asi 3 až 4 týdnech stání pokusných rostlin ve skleníku za optimálních růstových podmínek se vyhodnocuje účinek preparátů opticky ve srovnání s neošetřenou kontrolou. Prostředky podle předloženého vynálezu mají také při postupu po vzejití dobrou herbicidní účinnost vůči širokému spektru zemědělsky důležitých plevelných trav a plevelů. Například mají sloučeniny podle příkladů 1, 2, 17, 24, 27, 28, 35, 37, 57, 64, 72, 73, 74 a 75 z tabulky 1 velmi dobrou herbicidní účinnost vůči škodlivým rostlinám, jako je *Sinapis alba*, *Stellaria media*, *Alopecurus myosuroides*, *Lolium multiflorum*, *Chrysanthemum segetum*, *Echinochloa crus-galli* a *Avena sativa* při postupu před vzejitím a při použitém množství 0,3 kg a méně aktivní substance na hektar.

3. Snášenlivost kulturními rostlinami

V dalších pokusech se ve skleníku vysadí semena velkého počtu kulturních rostlin a plevelů do hlinitopísčité půdy a překryjí se krycí půdou. Jedna část hrnků se ošetří ihned, jak je uvedeno v odstavci 1. , zatímco u druhé části se vyčká, až mají rostliny vyvinuté dva až tři pravé lístky, a potom se, jak je uvedeno v odstavci 2 , postříkají sloučeninami podle předloženého vynálezu v různých dávkách. Čtyři až pět týdnů po aplikaci a stání ve skleníku se optickým pozorováním zjistí, že sloučeniny podle předloženého

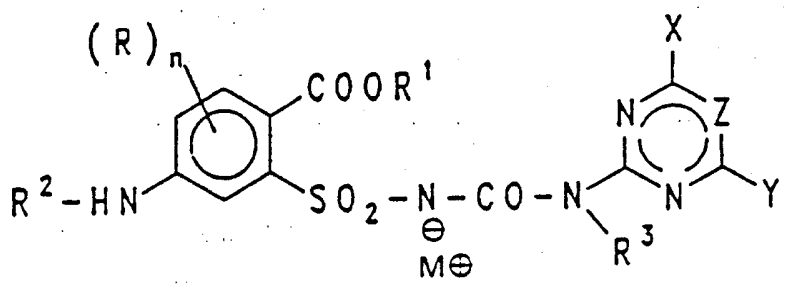
vynálezu neškodí kulturním rostlinám, jako je například soja, bavlna, řepka, cukrová řepa a brambory při postupech před vzejitím i po vzejití ani při vysokých koncentracích. Některé látky jsou kromě toho obzvláště šetrné vůči kulturám například ječmene, pšenice, žita, Sorghum-Hirsen, kukuřice nebo rýže.

Sloučeniny obecného vzorce I mají tedy velmi vysokou selektivitu při použití pro potírání nežádoucího růstu rostlin v zemědělských kulturách.

č.j.	087217
DOŠLO	28. XI. 96
URAD PŘÍMÝ S OVEHO VL. ST. N. CTVI	
PŘIL.	

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Fenylsulfonylmočoviny se substituenty na dusíku obecného vzorce I (soli)



ve kterém

n značí číslo 0, 1, 2 nebo 3 ,

R značí atom halogenu, alkylovou skupinu nebo alkoxy-
skupinu a sice nezávisle na jiných substituentech R ,
když n je větší než 1 ,

R¹ značí nesubstituovaný nebo substituovaný uhlovodíkový
zbytek nebo nesubstituovaný nebo substituovaný
heterocyklický zbytek,

R² značí acylový zbytek,

R³ značí vodíkový atom nebo alkylovou skupinu s 1 až 5
uhlíkovými atomy,

M⁺ značí kovový nebo amonný iont,

X a Y značí nezávisle na sobě atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkoxykupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkylthioskupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy a alkylthioskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, nebo značí cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkenyloxyskupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, alkinyloxyskupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy a monoalkylaminoskupinu nebo dialkylaminoskupinu se vždy 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu a

Z značí skupinu CH nebo dusíkový atom.

2. Fenylsulfonylmočoviny podle nároku 1, obecného vzorce I, ve kterém

n značí číslo 0, 1 nebo 2,

R značí atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 3 uhlíkovými atomy nebo alkoxykupinu s 1 až 3 uhlíkovými atomy,

R¹ značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo něko-

lika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, kyanoskupinu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, dialkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkoxyly, aminokarbonylovou skupinu, alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkylu, dialkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu, nesubstituovanou fenylovou skupinu, substituovanou fenylovou skupinu, nesubstituovaný heterocyklický zbytek a substituovaný heterocyklický zbytek, nebo značí heterocyklický se 3, 4, 5 nebo 6 atomy v kruhu a s kyslíkovým atomem jako heteroatomem kruhu, přičemž tento zbytek je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny alkylových skupin s 1 až 4 uhlíkovými atomy,

R^2 značí zbytek COR^4 , $CO-OR^5$, $CO-NR^6R^7$ nebo SO_2-R^8 ,

R^3 značí vodíkový atom nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy,

R^4 značí vodíkový atom, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 4 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující

atom halogenu, kyanoskupinu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, dialkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkoxyly, aminokarbonylovou skupinu, alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkylu, dialkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu, nesubstituovanou fenylovou skupinu a substituovanou fenylovou skupinu, nebo značí fenylovou skupinu, která je nesubstituovaná nebo substituovaná,

R^5 má význam zbytku R^4 kromě vodíku,

R^6 a R^7 značí nezávisle na sobě vodíkový atom, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, jako je fluor, chlor a brom, kyanoskupinu, alkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxykupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, dialkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v alkoxyly, aminokarbonylovou skupinu, alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4

uhlíkovými atomy v alkyly a dialkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly, nebo

R^6 a R^7 společně s dusíkovým atomem, na který jsou vázané, značí nesubstituovaný nebo substituovaný heterocyklický kruh ze čtyř až osmi atomů kruhu, který obsahuje případně substituenty s až 18 uhlíkovými atomy,

R^8 značí alkylovou skupinu s 1 až 5 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze dvou posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxy skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, haloalkoxy skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy a dialkylaminoskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkyly,

M^+ značí ekvivalent alkalického kovu nebo kovu alkalické zeminy, nebo NH_4^+ , $\frac{1}{2}Zn^{2+}$, $R^0_2NH_2^+$, $R^0NH_3^+$, $R^0_3NH^+$ nebo $R^0_4N^+$,

R^0 značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy nebo benzylovou skupinu,

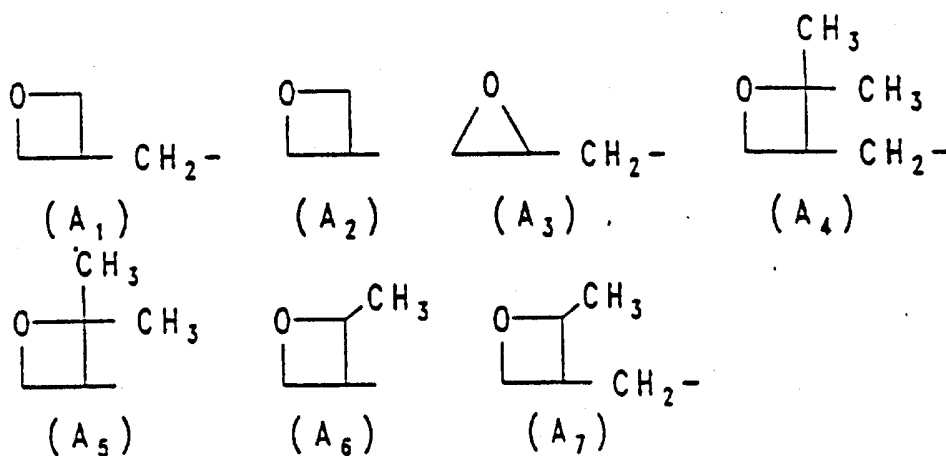
X a Y značí nezávisle na sobě atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkoxy skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, alkylthioskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků může být nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, alkoxy skupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy

a alkylthioskupinu s 1 až 4 uhlíkovými atomy, nebo značí cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy, alkinyloxyskupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy a monoalkylaminoskupinu nebo dialkylaminoskupinu se vždy 1 až 4 uhlíkovými atomy v každém alkylu a

Z značí skupinu CH nebo dusíkový atom.

3. Fenylsulfonylmočoviny podle nároku 1 nebo 2, obecného vzorce I, ve kterém

R¹ značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chlóru, bromu nebo jodu, kyanoskupinu, methoxyskupinu, trifluormethoxyskupinu, dimethylaminoskupinu, methylsulfonylovou skupinu SO₂CH₃, methoxykarbonylovou skupinu CO₂CH₃, dimethylaminokarbonylovou skupinu CO₂N(CH₃)₂ a fenylovou skupinu, nebo zbytek vzorce A₁ až A₇



R^2 značí zbytek COR^4 , $CO-OR^5$, $CO-NR^6R^7$ nebo SO_2-R^8 ,

R^3 značí vodíkový atom nebo methylovou skupinu,

R^4 značí vodíkový atom, alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, cykloalkylovou skupinu se 4 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze čtyř posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chloru, bromu nebo jodu, kyanoskupinu, methoxyskupinu, trifluormethoxyskupinu, dimethylaminoskupinu, methylylsulfonylovou skupinu SO_2CH_3 , methoxykarbonylovou skupinu CO_2CH_3 , dimethylaminokarbonylovou skupinu $CON(CH_3)_2$ a fenylovou skupinu, nebo značí fenylovou skupinu, která je nesubstituovaná nebo až třikrát substituovaná stejnými nebo různými zbytky ze skupiny zahrnující atom halogenu, methylovou skupinu, ethylovou skupinu, methoxyskupinu, ethoxyskupinu, trifluormethylovou skupinu, chlorethylovou skupinu, trifluormethoxyskupinu nebo difluormethoxyskupinu,

R^5 má význam zbytku R^4 kromě vodíku,

R^6 a R^7 značí nezávisle na sobě vodíkový atom, alkylovou

skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, alkinylovou skupinu se 2 až 6 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze tří posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chloru a bromu, kyanoskupinu, methoxyskupinu, trifluormethoxyskupinu, dimethylaminoskupinu, methylsulfonylovou skupinu, methoxykarbonylovou skupinu a dimethylaminokarbonylovou skupinu a

R^8 značí alkylovou skupinu s 1 až 5 uhlíkovými atomy, alkenylovou skupinu se 2 až 5 uhlíkovými atomy, přičemž každý ze dvou posledně jmenovaných zbytků je nesubstituovaný nebo substituovaný jedním nebo několika zbytky ze skupiny zahrnující atom fluoru, chloru a bromu, methoxyskupinu nebo dimethylaminoskupinu.

4. Fenylsulfonylmočoviny podle některého z nároku 1 až 3, obecného vzorce I, ve kterém

R^1 značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy,

R^2 značí zbytek COR^4 , $CO-OR^5$, $CO-NR^6R^7$ nebo SO_2-R^8 ,

R^3 značí vodíkový atom,

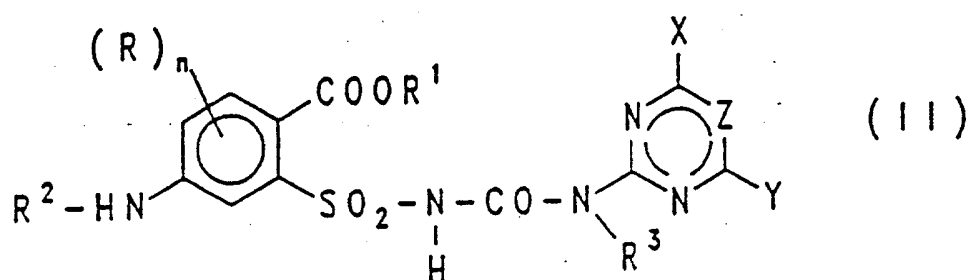
M^+ značí Na^+ , K^+ , $\frac{1}{2}Mg^{2+}$, $\frac{1}{2}Ca^{2+}$, NH_4^+ , $H_2NEt_2^+$, $H_3NC_4H_9^+$, $NH(C_2H_5)_3^+$, $N(C_2H_5)_4^+$ nebo $HN(CH_3)_3^+$,

R^0 značí alkylovou skupinu s 1 až 6 uhlíkovými atomy a

X, Y značí skupinu OCH_3 , OC_2H_5 , SCH_3 , NHCH_3 , $\text{N}(\text{CH}_3)_2$, CH_3 a OCH_2CF_3 .

5. Způsob výroby fenylsulfonylmočovín obecného vzorce I podle nároků 1 až 4,

v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce II



ve kterém mají R , R^1 , R^2 , R^3 , X , Y , Z a n výše uvedený význam,

s vhodnou basí obecného vzorce III

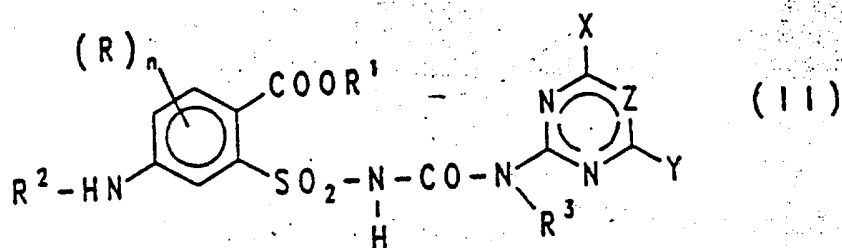


ve kterém má M^+ výše uvedený význam a

X^- značí ekvivalent aniontu,

nebo v případě amoniové soli se nechá reagovat odpovídajícím způsobem s amoniakem nebo s organickým aminem.

6. Způsob výroby fenylsulfonylmočovín obecného vzorce II



v y z n a č u j í c í s e t í m , že se provede reakce podle některé z následujících rovnic (1) až (6)

