



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

219264
(11) (B2)

[51] Int. Cl.³
A 01 N 47/30

[22] Přihlášeno 28 01 80
[21] [PV 576-80]

[32] [31] [33] Právo přednosti od 30 01 79
(9944) Japonsko

[40] Zveřejněno 25 06 82

[45] Vydáno 15 07 85

[72]
Autor vynálezu

YOSHIDA RYO, KAWANISHI, TAKEMOTO ICHIKI, TAKARAZUKA,
SUMIDA SEIZO, NISHINOMIYA, KAMOSHITA KATSUZO, TOYONO-GUN
(Japonsko)

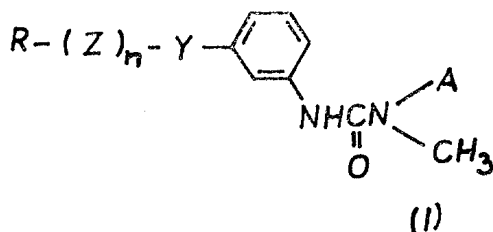
[73]
Majitel patentu

SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LIMITED, OSAKA (Japonsko)

[54] Herbicidní prostředek a způsob přípravy jeho účinné složky

1

Vynález se týká N'-fenyl-N-methylmočov-
nových derivátů obecného vzorce I



kde

R představuje C₄—C₁₀ cykloalkylskupinu,
C₄—C₁₀ cykloalkenylskupinu, C₄—C₁₀ cyklo-
alkylskupinu kondenzovanou s benzeno-
vým kruhem nebo substituovanou alespoň
jednou C₁—C₄ alkylskupinou nebo C₄—C₁₀
cykloalkenylskupinu kondenzovanou s ben-
zenovým kruhem nebo substituovanou C₁—
C₄ alkylskupinou,

Z představuje C₁ až C₄ alkylenskupinu,
která popřípadě obsahuje na terminálním
atomu uhlíku atom kyslíku,

Y představuje atom kyslíku nebo síry,

A představuje atom vodíku, methylsku-
pinu nebo methoxyskupinu a

n představuje číslo 0 nebo 1 s tou pod-
mínkou, že v řetězci $[-Z]_n-Y-$ nesmějí
atomy kyslíku a/nebo síry následovat za se-
bou,

2

jejich výroby a použití.

R v obecném vzorci I může představovat
cyklický uhlovodíkový zbytek, jako zbytek
cyklobutanu, cyklopentanu, cyklohexanu,
cykloheptanu, cyklooktanu, cyklononanu,
cyklodekanu, adamantanu, bicyklo[2.2.1]-
heptanu, tricyklo[5.2.1.0]dekanu, cyklohe-
xenu, indanu nebo tetralinu.

Rýže, pšenice, kukuřice, sója, bavlník, cu-
krovka aj. jsou plodiny světového významu,
a proto, aby se zabránilo snížení jejich vý-
nosů, používá se při jejich pěstování che-
mického potlačování plevelných rostlin.

Jak je dobře známo, do rozsahu substitu-
ovaných derivátů močoviny spadají slouče-
niny, které mají silný herbicidní účinek, ja-
ko je N'-4-chlorfenyl-N,N-dimethylmočovina
(monuron) a N'-3,4-dichlorfenyl-N,N-dime-
thylmočovina (diuron). Je rovněž dobře zná-
mo, že tyto deriváty močoviny mají herbi-
cidní účinek proto, poněvadž inhibují foto-
syntézu. Fotosyntéza je fyziologická funkce
vlastní vyšším rostlinám, které se nevysky-
tuje u savců. V důsledku toho obvykle ne-
jsou specifické inhibitory fotosyntézy příliš
škodlivé vůči savcům, ale mohou být vysoce
účinné při vyhlazování vyšších rostlin. Her-
bicidní inhibitory fotosyntézy, jako monu-
ron, diuron, 5-brom-3-sek.butyluracil (bro-
macil) apod. mají skutečně nízkou toxicitu

vůči savcům. Jsou však herbicidně účinné proti všem vyšším rostlinám, tj. stejně tak proti plodinám, jako plevelům, poněvadž fotosyntéza je společným projevem všech vyšších rostlin. Většina inhibitorů fotosyntézy je tedy neselektivní a poškozuje plodiny.

Aby byla sloučenina selektivním herbicidem, musí mít jak silnou herbicidní účinnost vůči plevelům, tak vysokou hladinu selektivity vůči zvolené plodině. Takové selektivní herbicidy se však velmi obtížně hledají a nelze je snadno předem určit na základě pouhé analogie a modifikace známých chemických struktur. Nalezení takových selektivních herbicidů si vyžaduje podrobné studium a použití metody screeningu. Tak například ze sloučenin močovinové řady má N'-3,4-dichlorfenyl-N-methoxy-N-methylmočovina (linuron) vysokou selektivitu vůči rostlinám rodu Umbelliferae, ale sloučeniny, které místo methoxyskupiny obsažené v linuronu obsahují methyl- nebo ethylskupinu, nemají vůči stejným rostlinám vůbec žádnou selektivitu [Herbicide Handbook of The Weed Science Society of America, třetí vydání, str. 172 až 176 a 221 až 225 (1974)]. Jak již bylo uvedeno, mechanismus selektivního herbicidního účinku je velmi specifický a malý rozdíl v chemické struktuře má za následek velký rozdíl ve stupni a druhu selektivity.

Při práci na vynálezu byla věnována pozornost sloučeninám močovinové řady z hlediska nízké toxicity vůči savcům a silné herbicidní účinnosti a byla snaha získat deriváty se zlepšenou selektivitou. Jako výsledek tohoto studia bylo zjištěno, že deriváty N'-fenyl-N-methylmočoviny obecného vzorce I mají silnou herbicidní účinnost vůči mnohým plevelným rostlinám při postemergentní aplikaci, přičemž současně nevykazují žádné podstatné chemické poškození důležitých plodin. Rovněž se zjistilo, že mají vysokou selektivitu vůči rýži a nejsou vůči rýži fyto toxické při jejich aplikaci jako herbicidů při zkoušce simulující podmínky na závlahových polích.

Deriváty N'-fenyl-N-methylmočoviny obecného vzorce I mají tedy silnou herbicidní účinnost proti celé řadě plevelných rostlin závlahových polí, a to jak při preemergentní, tak při postemergentní aplikaci. Tak například jsou herbicidně účinné proti takovým plevelným rostlinám závlahových polí, jako je *Rotala indica*, hvězdoš [Callitriche verna], *Lindernia pyxidaria*, *Monochoria vaginalis*, *Dopatrium junceum*, *Vandellia angustifolia*, ježatku kuří noha (*Echinochloa crusgalli*), šáchor (*Cyperus difformis*), *Scirpus acutus* a podobně. Přitom však mají, jak již bylo uvedeno, vysokou selektivitu vůči rostlinám rýže. Sloučeniny obecného vzorce I mají rovněž silnou herbicidní účinnost proti celé řadě plevelných rostlin vyskytujících se na normálních polích, když se jich použije postemergentně. Těmito ple-

velnými rostlinami jsou například širokolisté plevy, jako je řepeň (*Xanthium pennsylvanicum*), slunečnice (*Helianthus annuus*), laskavec ohnutý (*Amaranthus retroflexus*), merlík bílý (*Chenopodium album*), povijnice (*Ipomoea purpurea*), durman obecný (*Datura stramonium*), lilek černý (*Solanum nigrum*), *Sida spinosa*, *Cassia obtusifolia*, šruha zelná (*Portulaca oleracea*), rdesno (*Polygonum* sp.), ambrózie (*Ambrosia trifida*), abutilon (*Abutilon theophrasti*), kokoška pastuší tobolka (*Capsella bursa-pastoris*), řeřišnice (*Cardamine flexuosa*), ptačinec žabinec (*Stellaria media*), svízel přítula (*Galium aparine*), rožec (*Cerastium glomeratum*), *Sagina japonica*, širok halep-ský (*Sorghum halepense*), *Sesbania exaltata* a podobně a travní plevy, jako je ježatka kuří noha (*Echinochloa crusgalli*), rosička krvavá (*Digitaria sanguinalis*), bér zelený (*Setaria viridis*), lipnice roční (*Poa annua*), ovsaha (*Avena fatua*) a podobně. Jak je popsáno dále, sloučeniny obecného vzorce I mají vysokou selektivitu vůči sóji, cukrovce, kukuřici a pšenici.

N'-fenyl-N-methylmočoviny deriváty obecného vzorce I jsou nové látky. N'-(3-benzoyloxyfenyl)-N,N-dimethylmočovina známá z US patentu č. 3 819 697 (dále označovaná jako „kontrolní sloučenina a“) má podobnou chemickou strukturu. Herbicidní účinnost sloučenin obecného vzorce I je však podstatně vyšší než účinnost kontrolní sloučeniny a). Jinými slovy, herbicidní účinnost se pozoruhodně zlepšila nahrazením benzyloxyskupiny v kontrolní skupině a) substituentem, jako je cykloalkyloxy-, cykloalkenyloxy-, cykloalkylalkoxy- nebo cykloalkenylalkoxy skupina.

V závislosti na druhu cyklického uhlovodíkového kruhu reprezentovaného symbolem R, vykazují sloučeniny obecného vzorce I pozoruhodnou selektivitu vůči cukrovce, zejména při postemergentním ošetření, kterou uvedená kontrolní sloučenina a) nemá (viz příklad B). Tak například při postemergentní aplikaci lze pomocí N'-3-[2-(1-adamantan)ethoxy]fenyl-N-methoxy-N-methylmočoviny (sloučeniny č. 19), N'-3-[3-(nebo 4)-(trichlor[5.2.1.0^{2,6}]decyl)methoxy]fenyl-N-methoxy-N-methylmočoviny (sloučeniny č. 28), N'-3-[2-(3-methylcyklohexyl)ethoxy]fenyl-N,N-dimethylmočoviny (sloučeniny č. 38), N'-3-(cyklohexylmethoxy)fenyl-N-methoxy-N-methylmočoviny (sloučeniny č. 5) a N'-3-[3-(cyklopentyl)propoxy]fenyl-N,N-dimethylmočoviny (sloučeniny č. 24) vyhubit plevelné rostliny, aniž by se dostavil jakýkoliv fyto toxický účinek u cukrovky.

Sloučeniny obecného vzorce I vykazují dále vysokou selektivitu vůči rostlinám sóji, bavlníku, kukuřice, pšenice a rýže.

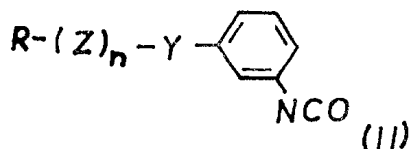
Uvedené výhodné vlastnosti N'-fenyl-N-methylmočoviny derivátů obecného vzorce I lze připsat těmto strukturním vlastnostem: 1. obsahu určitého cyklického uhlovodíkového zbytku, jako modifikační skupi-

ny, a 2. přítomnosti močovinnového zbytku v m-poloze vůči této modifikační skupině.

Sloučeniny obecného vzorce I jsou tedy velmi účinné jako selektivní herbicidy pro zemědělskou aplikaci. Jsou rovněž výbornými herbicidy pro nezemědělskou půdu, poněvadž mají vysokou herbicidní účinnost.

N'-fenyl-N-močovinnové deriváty obecného vzorce I lze připravit následujícími způsoby a) až d), z nichž způsob a) spadá do rozsahu vynálezu:

a) Podle tohoto způsobu se nechá derivát fenylisokyanátu obecného vzorce II

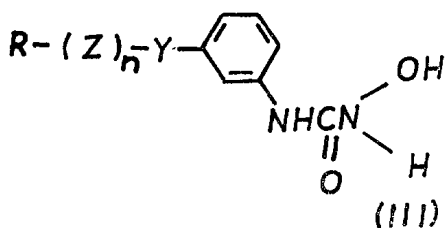


kde

R, Y, Z a n mají shora uvedený význam, reagovat s monomethylaminem, dimethylaminem nebo N,O-dimethylhydroxylaminem.

Tato reakce se může provádět tak, že se působí na fenylisokyanátový derivát II monomethylaminem, dimethylaminem nebo N,O-dimethylhydroxylaminem v molárním poměru 1:1 až 3 v přítomnosti organického rozpouštědla (například benzenu, toluenu, xylenu, diethyletheru, tetrahydrofuranu, dioxanu, N,N-dimethylformamidu, chloroformu, tetrachlormethanu), vody nebo jejich směsi, obvykle při teplotě 0 až 50 °C po dobu od okamžiku do 10 hodin.

b) Podle tohoto způsobu se methylyluje N'-fenyl-N-hydroxymočovinový derivát obecného vzorce III



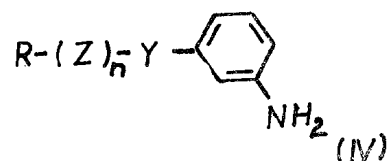
kde

R, Z, Y a n mají shora uvedený význam.

Jako methylačního činidla se může použít například methyljodidu, dimethylsulfátu nebo diazomethanu v množství 2,0 až 2,5 molu na 1 mol N'-fenyl-N-hydroxymočovinového derivátu III. Za použití dimethylsulfátu se může reakce provádět například v organickém rozpouštědle (například benzenu, toluenu, xylenu, methanolu, ethanolu, isopropanolu, diethyletheru, tetrahydrofuranu, dioxanu, methylenchloridu), vodě nebo jejich směsi v přítomnosti alkálie (hydroxidu, sodného nebo draselného) v množství 2 až 2,5 molu na 1 mol N'-fenyl-N-hydroxymočovinového derivátu III. V reakční směsi je s výhodou přítomen katalyzátor fázového přenosu, jako kvartérní amoniová sůl v množství 0,1 až 10 % mol. vztaženo na N'-

-fenyl-N-hydroxymočovinový derivát III. Reakční teplota může být 0 až 100 °C a reakce je skončena okamžitě až za 10 hodin.

c) Podle tohoto způsobu se na anilinový derivát obecného vzorce IV

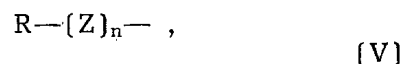


kde

R, Y, Z a n mají shora uvedený význam, působí methylisokyanátem, N-methoxy-N-methylkarbamoylchloridem nebo N,N-dimethylkarbamoylchloridem.

Tato reakce se provádí tak, že se na anilinový derivát IV působí methylisokyanátem, N-methoxy-N-methylkarbamoylchloridem nebo N,N-dimethylkarbamoylchloridem v molárním poměru 1:1 až 5 v organickém rozpouštědle (například benzenu, toluenu, xylenu, diethyletheru, tetrahydrofuranu, dioxanu, chloroformu, tetrachlormethanu, ethylacetátu, pyridinu, dimethylformamidu), přednostně v přítomnosti činidla odštěpujícího chlorovodík (například pyridinu, triethylaminu, hydroxidu sodného, hydroxidu draselného) v množství 1 až 5 molů na 1 mol anilinového derivátu IV. Reakce se obvykle provádí při teplotě 0 až 150 °C po dobu od okamžiku do 10 hodin.

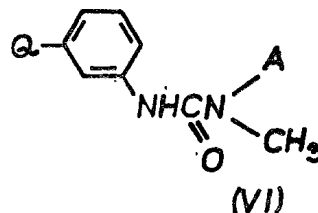
d) Podle tohoto způsobu se působí reaktivní sloučeninou obecného vzorce V



kde

X představuje atom halogenu, mesyloxy- nebo tosyloxyskupinu a

R, Z a n mají shora uvedené významy, na N'-fenyl-N-methylmočovinnový derivát obecného vzorce VI



kde

Q představuje hydroxylovou skupinu nebo merkaptoskupinu a

A má shora uvedený význam.

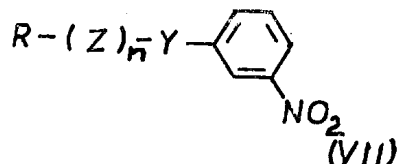
Tato reakce se provádí tak, že se působí reaktivní sloučeninou V na N'-fenyl-N-methylmočovinu VI v molárním poměru 1:1 až 15 v organickém rozpouštědle (například benzenu, toluenu, xylenu, diethyletheru, tetrahydrofuranu, dioxanu, chloroformu, tetrachlormethanu, methylenchloridu, ethylacetátu, methanolu, ethanolu, isopropanolu,

N,N-dimethylformamidu), vodě nebo jejich směsi v přítomnosti báze (například pyridinu, triethylaminu, hydridu sodného, hydridu draselného, uhličitanu sodného nebo ethoxidu sodného) v množství 1 až 1,5 molu na 1 mol reaktivní sloučeniny V. V reakční směsi je s výhodou přítomen katalyzátor fázového přenosu, jako kvartérní amoniová sůl, v množství 0,1 až 10 % mol., vztaženo na reaktivní sloučeninu V.

Fenylisokyanátový derivát II potřebný při postupu a) se může snadno připravit reakcí derivátu anilinu IV a fosgenu, obvykle v molárním poměru 1:1 až 5. Tato reakce se provádí v organickém rozpouštědle (například benzenu, toluenu, xylenu, tetrahydrofuranu, dioxanu, chloroformu, tetrachlormethanu nebo ethylacetátu), obvykle při teplotě od teploty místnosti (například 20 °C) do bodu varu rozpouštědla pod zpětným chladičem po dobu od okamžiku do 10 hodin.

N'-fenyl-N-hydroxymocovinový derivát III potřebný při postupu b) se může získat reakcí fenylisokyanátového derivátu II s hydroxylaminem v molárním poměru 1:1 až 5. Tato reakce se provádí v organickém rozpouštědle (například benzenu, toluenu, xylenu, diethyletheru, tetrahydrofuranu, dioxanu, chloroformu nebo tetrachlormethanu), vodě nebo jejich směsi obvykle při teplotě 0 až 50 °C po dobu od okamžiku do 10 hodin.

Anilinový derivát III, který je výchozí látkou při způsobech a), b), c) a d) se může získat redukcí odpovídajícího nitrobenzenu obecného vzorce VII



kde

R, Y, Z a n mají shora uvedený význam. běžným postupem, jako katalytickou redukcí, za použití kysličníku platičitého, Raneyova niklu, platinové černi, paládiové černi a podobně, redukcí kovem (například cínem, železem, zinkem) v kyselině (například kyselině chlorovodíkové nebo sírové), redukcí kovem (například sodíkem, lithiem, hliníkem, hořčíkem, zinkem) v alkoholu, re-

dukci kovem (například sodíkem, zinkem) ve vodné nebo alkoholické alkálii, redukcí anorganickou sloučeninou (například chloridem cínatým, síranem železnatým, hydroxidem železnatým, siřníkem sodným, polysulfidem sodným, siřníkem amonným, sirovočíkem) nebo redukcí sloučeninou hydrazinu (například hydrazinem nebo fenyhydrazinem). V případě katalytické redukce za použití kysličníku platičitého se redukce může například provádět působením vodíku v inertním rozpouštědle (například benzenu, toluenu, ethanolu, methanolu, isopropanolu, tetrahydrofuranu nebo dioxanu) za atmosférického tlaku nebo zvýšeného tlaku po dobu od 30 minut do 10 hodin.

Derivát nitrobenzenu obecného vzorce VII lze získat kondenzační reakcí reaktivní sloučeniny obecného vzorce VIII

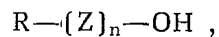


kde

X představuje atom halogenu, mesyloxy- nebo tosyloxyskupinu a

R, Z a n mají význam uvedený shora, se solí alkalického kovu m-nitrofenolu nebo m-nitrothiofenolu v molárním poměru 1:1 až 1,5. Reakce se obvykle provádí v organickém rozpouštědle (například benzenu, toluenu, xylenu, dimethylformamidu, ethanolu nebo methanolu), ve vodě nebo v jejich směsi. Popřípadě se pracuje za chlazení nebo zahřívání (například při teplotě od 20 °C) do teploty refluxu rozpouštědla po dobu od okamžiku do 10 hodin. Pro dosažení požadované sloučeniny ve vysokém výtěžku je výhodné, je-li ve směsi přítomen katalyzátor fázového přenosu, jako např. kvartérní amoniová sůl.

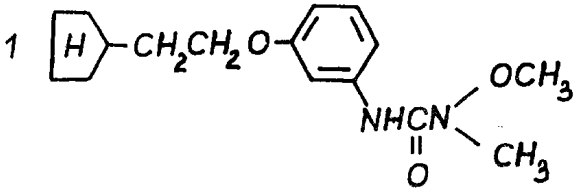
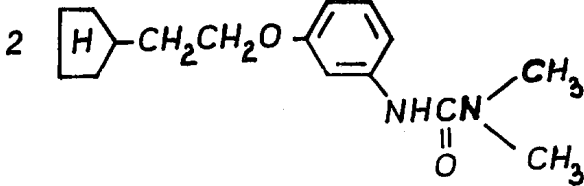
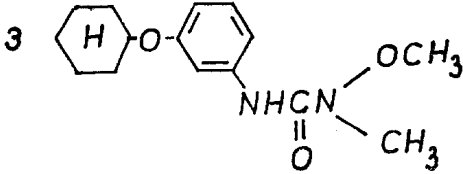
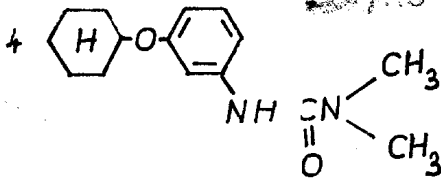
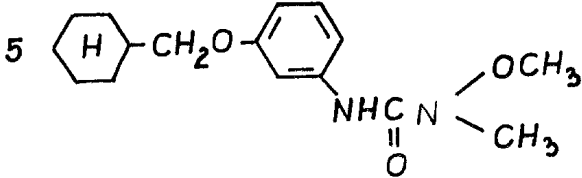
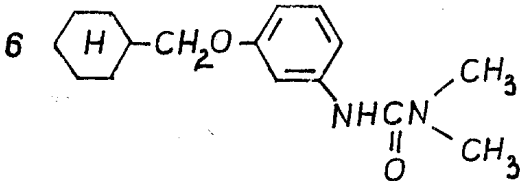
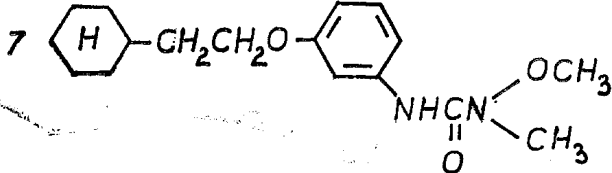
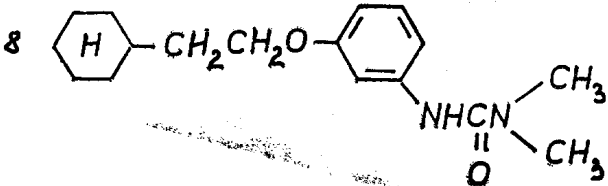
Reaktivní sloučeninu obecného vzorce VIII, která je výchozí látkou pro syntézu nitrobenzenového derivátu obecného vzorce VII, je možno vyrobit z odpovídajícího známého alkoholu obecného vzorce



kde

R, Z a n mají shora uvedený význam, o sobě známým postupem [viz S. R. Sandler a W. Karo: „Organic Functional Group Preparations“, Academic Press, New York (1968), kapitoly 6 a 21].

Následují některé příklady sloučenin obecného vzorce I:

Sloučenina číslo	Chemická struktura	Teplota tání (°C) nebo index lomu
1		56 až 57
2		118 až 119
3		94 až 96
4		150 až 151
5		75 až 76
6		77 až 78
7		81 až 82
8		128 až 129

Sloučenina
číslo

Chemická struktura

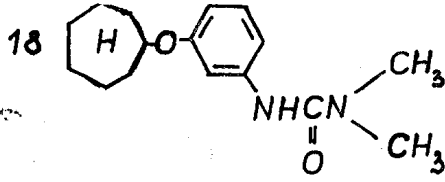
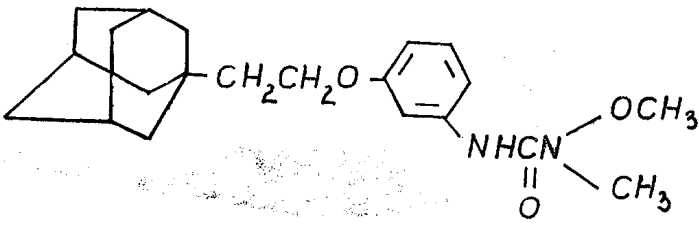
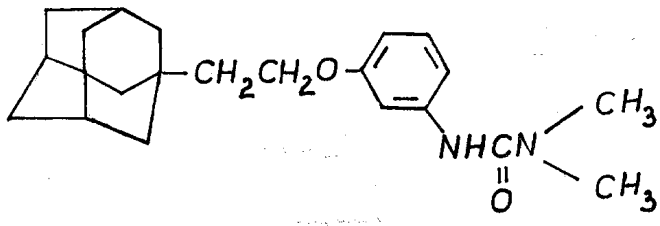
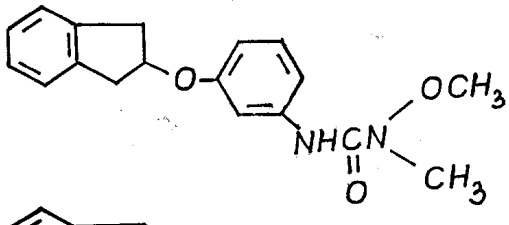
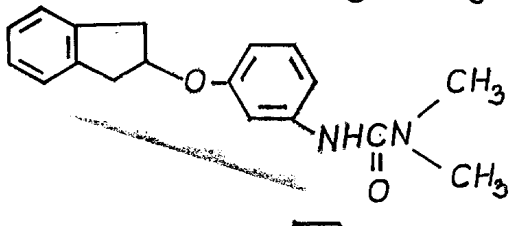
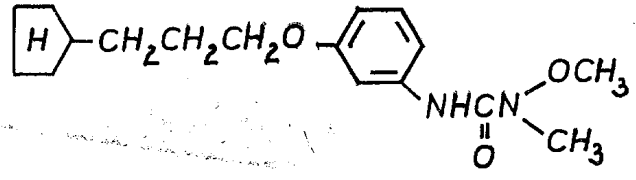
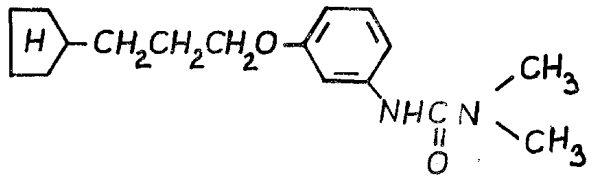
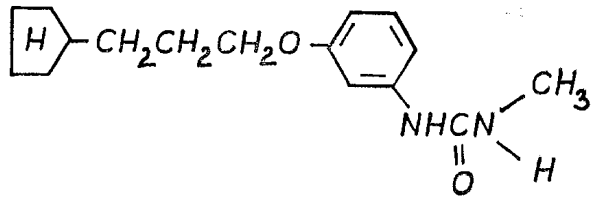
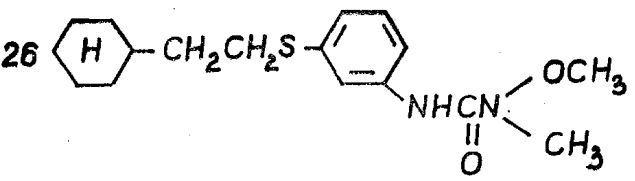
Teplota tání [°C] nebo index
lomů

9		53 až 55
10		117 až 118
11		n_D^{25} 1,5629
12		111 až 12
13		85 až 86
14		142 až 143
15		105 až 106
16		96 až 97
17		60 až 61

Sloučenina
číslo

Chemická struktura

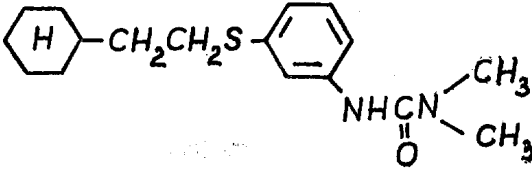
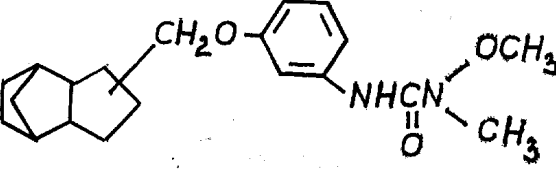
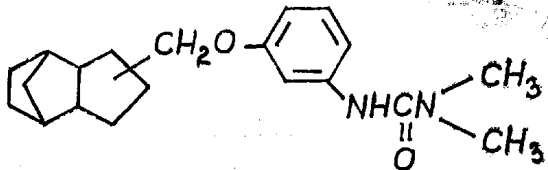
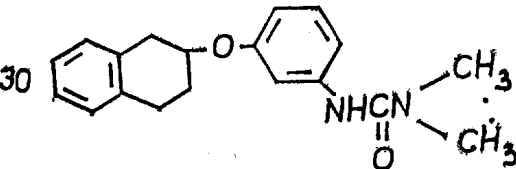
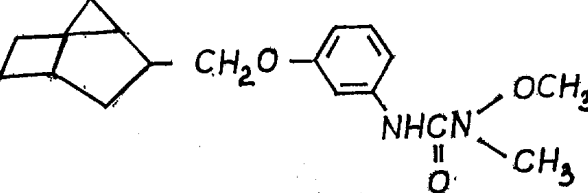
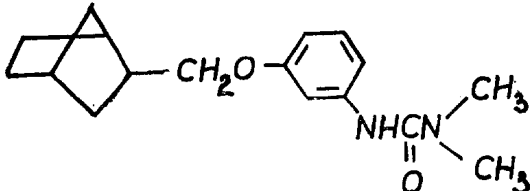
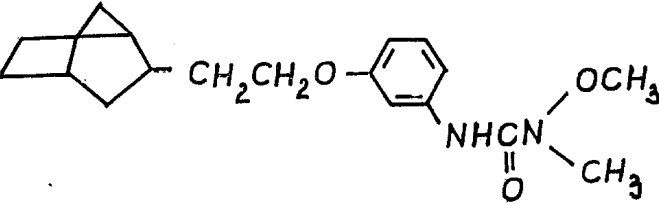
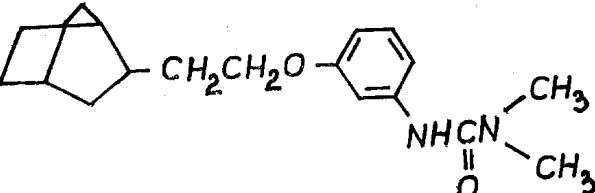
Teplota tání [°C] nebo index
lomu

18		103 až 104
19		83 až 86
20		152 až 154
21		117 až 119
22		150 až 151
23		70 až 71
24		118 až 119
25		94 až 96
26		$n_D^{23,5}$ 1,5662

Sloučenina
číslo

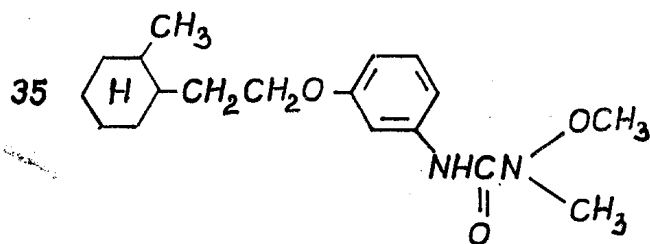
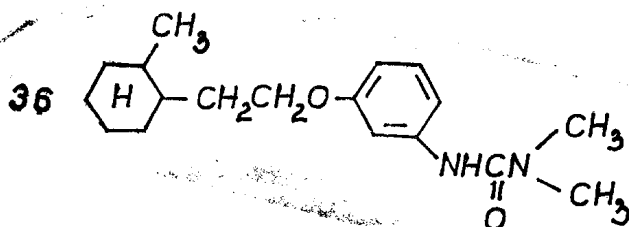
Chemická struktura

Teplota tání (°C) nebo index
lomu

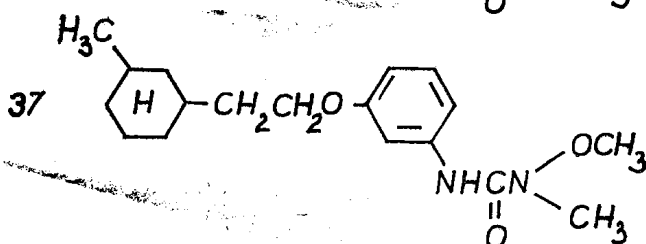
- | | | |
|----|---|-------------------|
| 27 |  | 101 až 102 |
| 28 |  | 97 až 98 |
| 29 |  | 113 až 114 |
| 30 |  | n_D^{24} 1,5530 |
| 31 |  | 74 až 75 |
| 32 |  | 116 až 117 |
| 33 |  | 93 až 94 |
| 34 |  | 153 až 154 |

Sloučenina
číslo

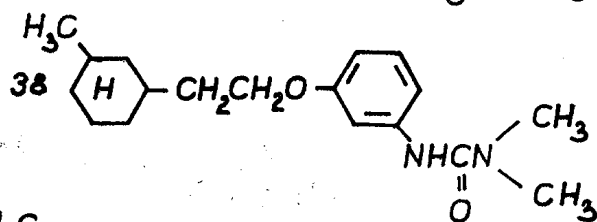
Chemická struktura

Teplota tání (°C) nebo index
lomů n_D^{22} 1,5389

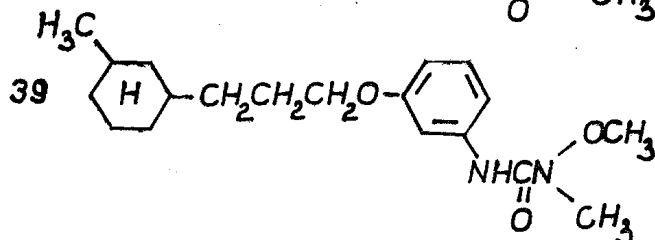
84 až 86



50 až 52

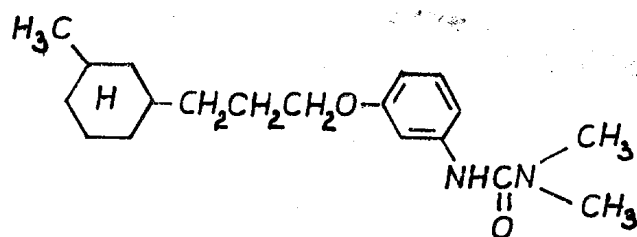


117 až 118

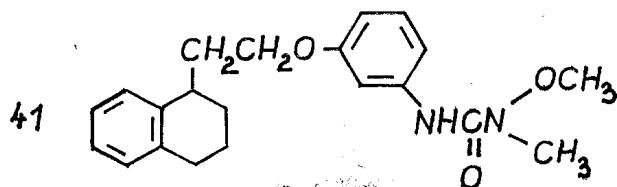


61 až 62

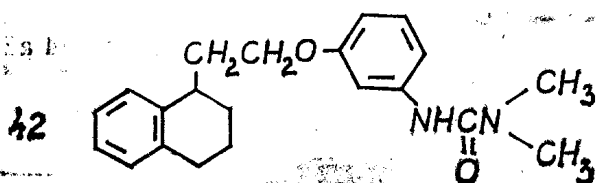
40



125 až 126



69 až 70

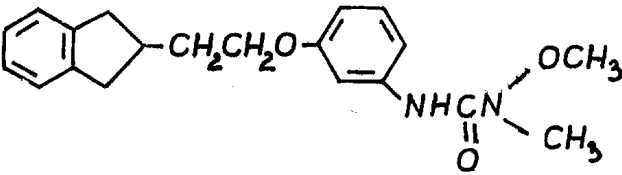
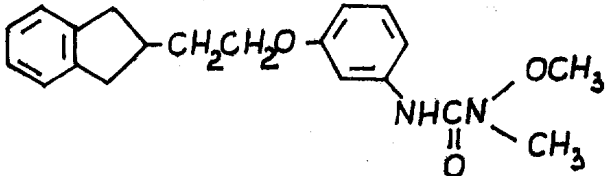
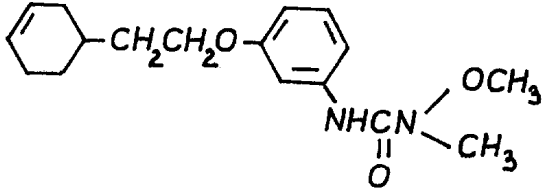
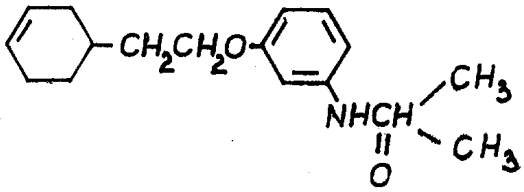
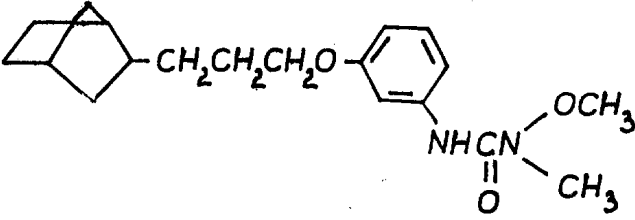
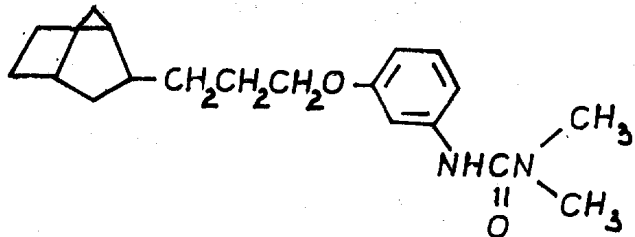
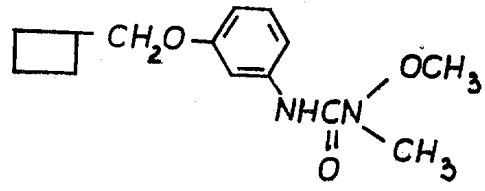
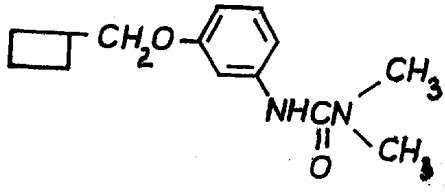


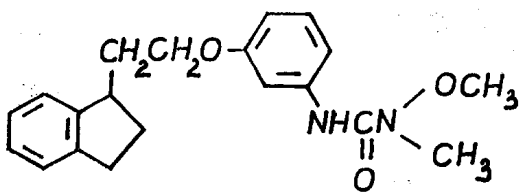
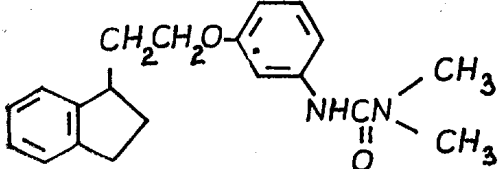
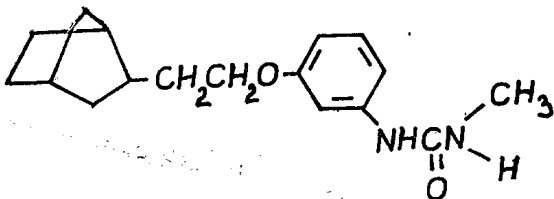
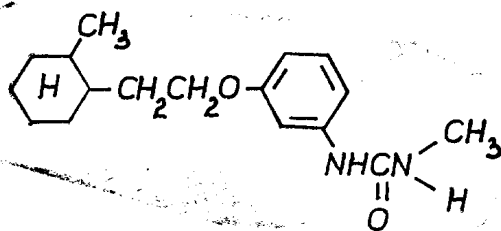
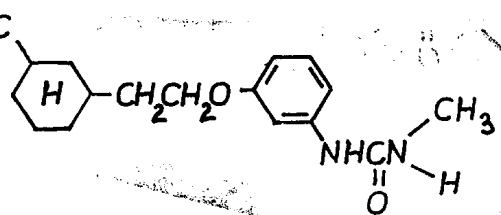
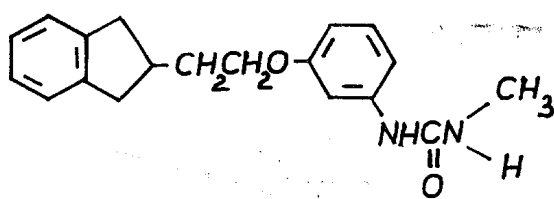
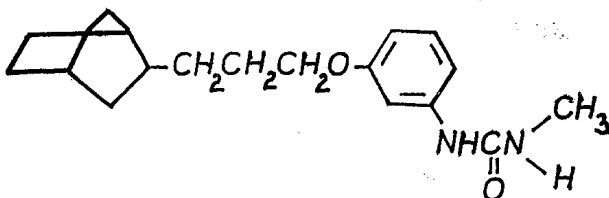
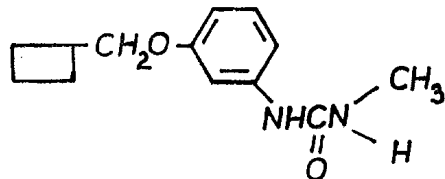
123 až 124

Sloučenina
číslo

Chemická struktura

Teplota tání (°C) nebo index
lomu

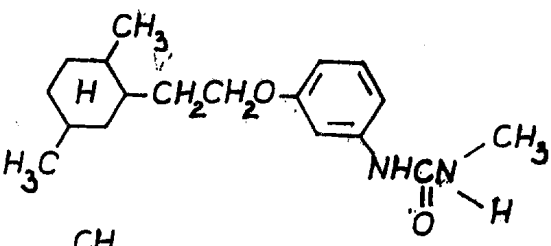
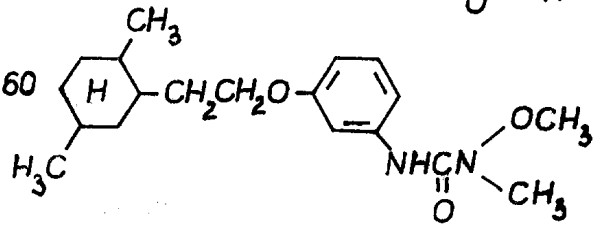
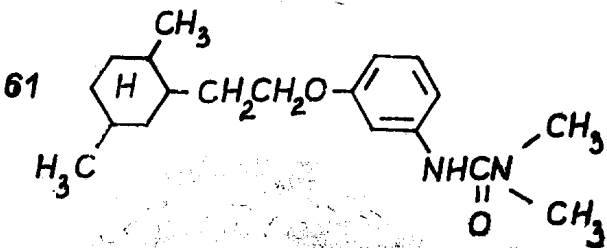
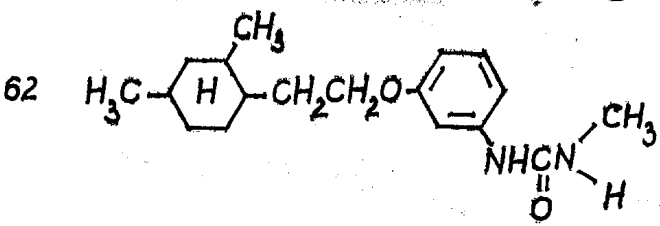
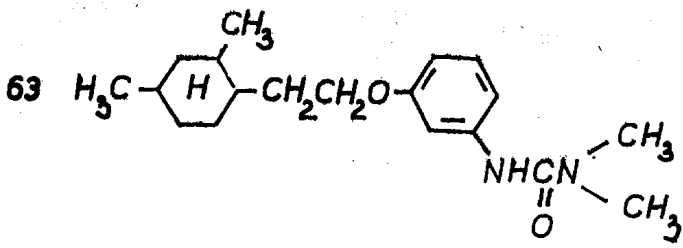
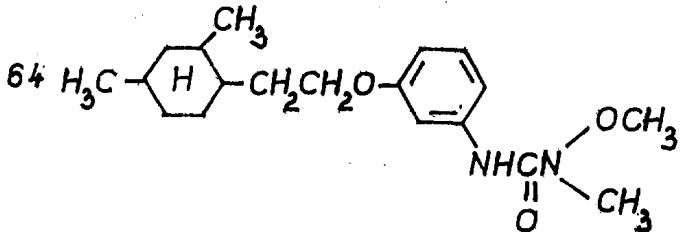
- | | | |
|----|---|------------|
| 43 |  | 75 až 76 |
| 44 |  | 130 až 131 |
| 45 |  | 81 až 82 |
| 46 |  | 106 až 107 |
| 47 |  | 74 až 76 |
| 48 |  | 138 až 139 |
| 49 |  | 93 až 94 |
| 50 |  | 154 až 155 |

- 51  81 až 82
- 52  102 až 103
- 53  120 až 121
- 54  55 až 58
- 55  n_D^{23} 1,5424
- 56  135 až 136
- 57  $n_D^{25,5}$ 1,5568
- 58  148 až 149

Sloučenina
číslo

Chemická struktura

Teplota tání (°C) nebo index
lomu

59		n_D^{25} 1,5425
60		75 až 76
61		88 až 89
62		n_D^{25} 1,5471
63		66 až 67,5
64		$n_D^{25,5}$ 1,5318

Příprava sloučenin obecného vzorce I je blíže ilustrována v následujících příkladech. Příklady nemají omezující charakter na rozsah vynálezu.

Příklad 1

[Postup a)]

5,6 g 3-(2-cyklohexyltoluen)fenylisokyanátu se rozpustí ve 100 ml benzenu a k roztoku se přikape roztok 3 g N,O-dimethylhydroxylaminu v 50 ml benzenu při teplotě pod 30 °C. Reakční směs se míchá při teplotě místnosti po dobu 30 minut a rozpouštědlo se odstraní za sníženého tlaku. Zbytek se překrystaluje z ethanolu. Získá se 5,5 g N'-[3-(2-cyklohexyl)ethoxy]fenyl-N-methoxy-N-methylmočoviny ve formě bílých krystalů o teplotě tání 81 až 82 °C.

Elementární analýza pro $C_{17}H_{26}O_3N_2$:

vypočteno:

66,64 % C, 8,55 % H, 9,14 % N,

nalezeno:

66,74 % C, 8,69 % H, 8,85 % N.

NMR δ_{CDCl_3} :

0,6 až 2,0 (13H),
3,9 (s, 3H),
3,65 (s, 3H),
3,88 (t, 2H),
6,3 až 7,2 (4H),
7,5 (s, 1H).

Příklad 2

[Postup a)]

9 g 3-[2-(1-adamantan)ethoxy]fenylisokyanátu se rozpustí ve 100 ml benzenu a k roztoku se přikape roztok 3,5 g N,O-dimethylhydroxylaminu v 50 ml benzenu při teplotě pod 30 °C. Reakční směs se míchá při teplotě místnosti po dobu 30 minut a pak se rozpouštědlo odstraní za sníženého tlaku. Zbytek se překrystaluje z ethanolu. Získá se 8,5 g N'-3-[2-(1-adamantan)ethoxy]fenyl-N-methoxy-N-methylmočoviny ve formě bílých krystalů o teplotě tání 83 až 86 °C.

Elementární analýza pro $C_{21}H_{30}O_3N_2$:

vypočteno:

70,36 % C, 8,44 % H, 7,82 % N,

nalezeno:

70,31 % C, 8,68 % H, 7,62 % N.

NMR δ_{CDCl_3} :

1,3 až 2,4 (17 H),
3,10 (s, 3H),

3,65 (s, 3H),
3,91 (t, 2H),
6,4 až 7,2 (4H),
7,45 (s, 1H).

Stejným způsobem byly syntetizovány tyto sloučeniny obecného vzorce I: sloučeniny č. 1, 5, 8, 11, 12, 17, 21, 23, 24, 28, 29, 30, 33, 34, 35, 36, 39, 41, 42, 43, 44, 51 a 52.

Příklad 3

[Postup b)]

5,88 g N'-3-[2-(cyklohexyloxy)ethoxy]fenyl-N-hydroxymočoviny a 5,54 g dimethylsulfátu se rozpustí v 60 ml toluenu a přidá se 0,065 g tetra-n-butylamoniumbromidu. K roztoku se přikape 4,4 ml 10 N vodného roztoku hydroxidu sodného při 20 až 22 °C. Výsledná směs se zředí vodou a extrahuje toluenem. Toluenový extrakt se vysuší bezvodým síranem sodným a zkoncentruje. Výsledný produkt se přečistí sloupcovou chromatografií na silikagelu za použití směsi benzenu a tetrahydrofuranu (3:1). Získá se 5,5 g N-3-[2-(cyklohexyloxy)ethoxy]fenyl-N-methoxy-N-methylmočoviny o teplotě tání 85 až 86 °C.

Elementární analýza pro $C_{17}H_{26}O_4N_2$:

vypočteno:

63,33 % C, 8,13 % H, 8,69 % N,

nalezeno:

63,41 % C, 8,28 % H, 8,80 % N.

NMR δ_{CDCl_3} :

1,0 až 2,1 (10H),
3,05 (s, 3H),
3,15 (m, 1H),
3,61 (s, 3H),
3,62 (t, 2H),
3,95 (t, 2H),
6,2 až 7,1 (4H),
7,40 (s, 1H).

Stejným způsobem byly syntetizovány například sloučeniny č. 26 a 47.

Příklad 4

[Postup c)]

3,5 g 3-[2-(4-methylcyklohexyl)ethoxy]anilinu a 4 ml triethylaminu se rozpustí ve 100 ml dimethylformamidu a k roztoku se přidají 3 g N,N-dimethylkarbamoylchloridu. Směs se zahřívá na 50 až 55 °C po dobu 3 hodin a pak se nechá stát přes noc. Reakční směs se zředí vodou a extrahuje benzenem. Benzenový extrakt se vysuší bezvodým síranem sodným a zkoncentruje. Výsledný produkt se přečistí sloupcovou chromato-

grafii na silikagelu za použití směsi benzenu a tetrahydrofuranu (3:1). Získá se 2,5 g N'-3-[2-(4-methylcyklohexyl)ethoxy]-fenyl-N,N-dimethylmočoviny o teplotě tání 117 až 118 °C.

Elementární analýza pro $C_{18}H_{28}O_2N_2$:

vypočteno:

71,01 % C, 9,27 % H, 9,20 % N,

nalezeno:

70,82 % C, 9,57 % H, 9,13 % N.

NMR δ_{CDCl_3} :

0,9 (d, 3H),
1,0 až 1,9 (12H),
2,89 (s, 6H),
3,81 (t, 2H),
6,0 až 7,1 (5H).

Stejným způsobem byly například připraveny tyto sloučeniny obecného vzorce I: sloučenina č. 2, 4, 6, 9, 15, 16, 20, 22, 25, 27, 31, 32, 37, 38, 45, 46, 50, 53, 54, 55, 56, 58 a 59.

Příklad 5

[Postup d)]

6,8 g ethoxidu sodného a 18 g N-3-hydroxyfenyl-N,N-dimethylmočoviny se rozpustí ve 200 ml dimethylformamidu a ke směsi se přikape 17,7 g cykloheptylbromidu. Výsledná směs se 1 hodinu zahřívá na 90 °C, zředí vodou a extrahuje benzenem. Rozpouštědlo se odstraní za sníženého tlaku. Výsledný produkt se přečistí sloupcovou chromatografií na silikagelu za použití směsi benzenu a tetrahydrofuranu (3:1). Získá se 11,6 g N'-3-(cykloheptyloxy)fenyl-N,N-dimethylmočoviny o teplotě tání 103 až 104 °C.

Elementární analýza pro $C_{18}H_{24}O_2N_2$:

vypočteno:

69,53 % C, 8,75 % H, 10,14 % N,

nalezeno:

69,54 % C, 8,69 % H, 10,18 % N.

NMR δ_{CDCl_3} :

1,2 až 2,1 (12H),
2,90 (s, 6H),
4,30 (m, 1H),
6,2 až 7,1 (5H).

Stejným způsobem byly například připraveny tyto sloučeniny obecného vzorce I: sloučenina č. 14, 40, 48 a 49.

Příklad 6

(Syntéza fenylisokyanátového derivátu obecného vzorce II)

Roztok 14,5 g 3-[2-(cyklohexyloxy)ethoxy]anilinu ve 100 ml toluenu se přikape ke 100 ml toluenu obsahujícího 12 g fosgenu. Výsledná směs se jednu hodinu vaří pod zpětným chladičem a pak se zkoncentruje za sníženého tlaku. Koncentrát se podrobí destilaci za vysokého vakua. Získá se 14 g 3-[2-(cyklohexyloxy)ethoxy]fenylisokyanátu o teplotě varu 112 až 115 °C/8 Pa a n_D^{23} 1,5283.

Elementární analýza pro $C_{15}H_{19}NO_3$:

vypočteno:

68,94 % C, 7,33 % H, 5,36 % N,

nalezeno:

68,98 % C, 7,21 % H, 5,47 % N.

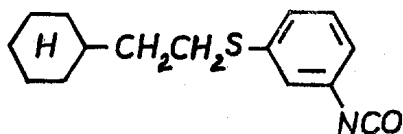
NMR δ_{CDCl_3} :

1,0 až 2,1 (10H),
3,25 (m, 1H),
3,60 (t, 2H),
3,91 (t, 2H),
6,2 až 7,2 (4H).

Stejným způsobem byly připraveny následující deriváty fenylisokyanátu:

Chemická struktura

Fyzikální vlastnosti



teplota varu 115 až 116 °C/13,3 Pa, n_D^{24} 1,5674

Příklad 7

{Syntéza anilinového derivátu
obecného vzorce IV}

Suspenze 14 g 3-[2-(1-adamantan)ethoxy]-nitrobenzenu a 1 g 10% paládiového uhlí ve 100 ml roztoku benzen—ethanol (1:1) se podrobí katalytické redukci za teploty místnosti a atmosférického tlaku. Absorbuje se 2,7 litru vodíku. Výsledná směs se přefiltruje a zkoncentruje za sníženého tlaku. Vysrážené krystaly se odfiltrují a promyjí etherem. Získá se 11,3 g 3-[3-(1-adamantan)ethoxy]anilinu o teplotě tání 60 až 61° Celsia.

Elementární analýza pro $C_{18}H_{25}ON$:

vypočteno:

79,66 % C, 9,29 % H, 5,16 % N,

nalezeno:

79,76 % C, 9,13 % H, 5,03 % N.

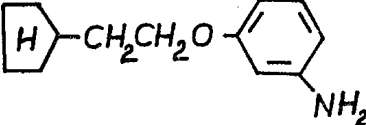
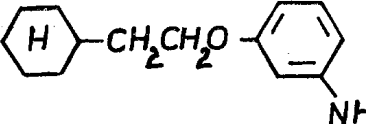
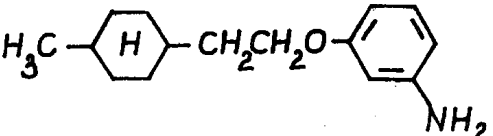
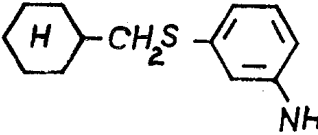
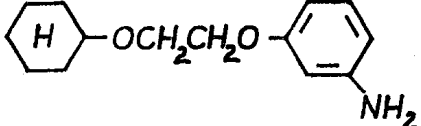
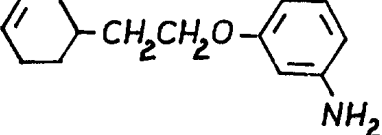
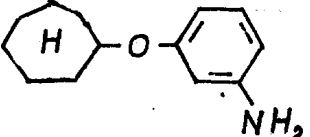
NMR δ_{CDCl_3} :

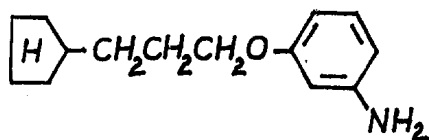
1,4 až 2,1 (17H),
3,5 (s, 2H),
3,85 (t, 2H),
5,9 až 7,0 (4H).

Stejným způsobem lze získat tyto anilinové deriváty:

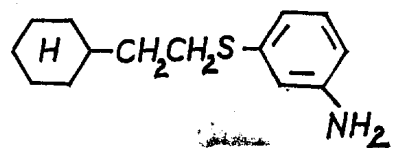
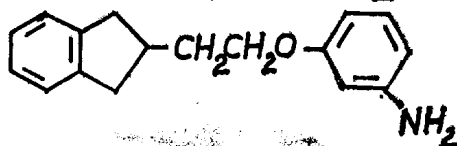
Chemická struktura

Fyzikální vlastnost

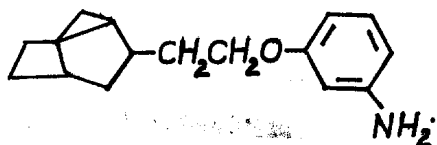
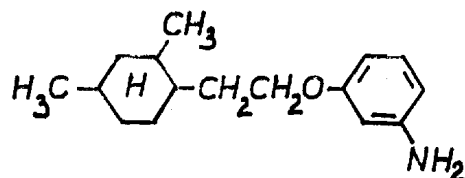
	teplota tání 29 až 30 °C
	teplota varu 120 až 120 °C/ /26,7 Pa
	teplota varu 135 až 145 °C/ /12 Pa
	teplota varu 133 až 138 °C/ /10,7 Pa
	teplota varu 137 až 150 °C/ /53,3 Pa
	teplota varu 138 až 145 °C/ /12 Pa
	teplota varu 146 až 150 °C/ /20 Pa



teplota tání 28 až 29 °C

teplota varu 145 až 148 °C/
/20 Pa

teplota tání 49 až 50 °C

teplota varu 143 až 148 °C/
/12 Pateplota varu 152 až 155 °C/
/40 Pa

Příklad 8

[Syntéza hydroxymocovinového derivátu
obecného vzorce III]

K roztoku 4 g hydroxylaminhydrochloridu v 10 ml vody se přikape 8 ml 10 N vodného roztoku hydroxidu sodného za chlazení ledem. Ke směsi se přikape roztok 10 g 3-[2-(cyklohexyloxy)ethoxy]fenylisokyanátu ve 100 ml toluenu při 10 °C. Směs se nechá stát přes noc, zředí se vodou a extrahuje benzenem. Benzenový extrakt se vysuší bezvodým síranem hořečnatým a zkoncentruje. Získá se 7 g surových krystalů N'-3-[2-(cyklohexyloxy)ethoxy]fenyl-N-hydroxymocoviny. Překrystalováním z ethanolu se získají jehličkovité krystaly o teplotě tání 171 až 173° Celsia.

Elementární analýza pro C₁₅H₂₂O₄N₂:

vypočteno:

61,20 % C, 7,53 % H, 9,52 % N,

nalezeno:

61,18 % C, 7,55 % H, 9,56 % N.

NMR δ_{CDCl₃-DMSO-d₆}:

1,0 až 2,1 (10H),

3,0 až 3,5 (2H),

3,70 (m, 2H),

6,3 až 7,3 (4H),

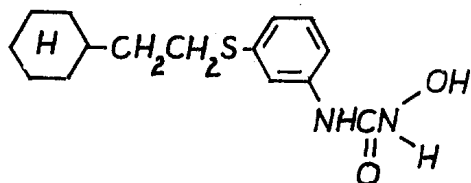
8,80 (1H),

9,51 (s, 1H).

Stejným způsobem se získá tento derivát hydroxymocoviny:

Chemická struktura

Fyzikální vlastnost



teplota tání 112 až 114 °C

Příklad 9

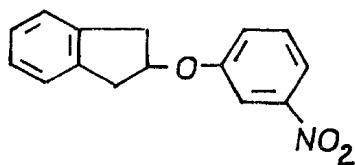
(Syntéza nitrobenzenového derivátu obecného vzorce VII)

K roztoku 6,8 g ethoxidu sodného a 15 g m-nitrofenolu ve 250 ml dimethylformamidu se přidá 28 g cyklohexyloxyethyl-p-toluen-sulfonátu. Směs se zahřívá na 100 °C po dobu 2 hodin a výsledná směs se zředí vodou a extrahuje benzenem. Rozpouštědlo se odstraní z extraktu za sníženého tlaku a zbytek se podrobí vakuové destilaci. Získá se 23,8 g 3-[2-(cyklohexyloxy)ethoxy]nitrobenzenu o teplotě varu 118 až 124 °C/13,3 Pa, n_D^{27} 1,5380.

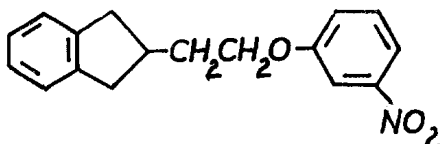
Stejným způsobem se získají tyto nitrobenzenové deriváty:

Chemická struktura

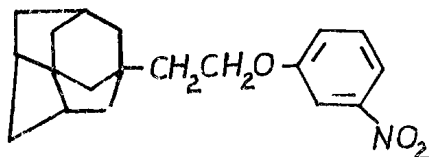
Fyzikální vlastnost



teplota tání 85 až 86 °C



teplota tání 76 až 77 °C



teplota tání 55 až 58 °C

Při praktickém použití se sloučeniny obecného vzorce I mohou aplikovat jako takové nebo ve formě libovolných prostředků, jako jsou smáčitelné prášky, emulgovatelné koncentráty, suspenze, granuláty, jemné granuláty nebo popraše.

Při výrobě těchto prostředků se může používat pevných nebo kapalných nosičů. Jako příklady pevných nosičů lze uvést minerální prášky (například kaolin, bentonit, jíla, montmorillonit, mastek, křemelinu, slídu, vermikulit, sádrovec, uhličitán vápenatý, apatit), rostlinné prášky (sójový prášek, mouku, dřevěný prášek, tabákový prášek, škrob, krystalickou celulózu), vysokomolekulární sloučeniny (například ropnou pryskyřici, polyvinylchlorid, ketonovou pryskyřici), kysličník hlinitý, vosk a podobně.

Jako příklady kapalných nosičů lze uvést alkoholy (například methylalkohol, ethylalkohol, ethylenglykol, benzylalkohol), aromatické uhlovodíky (například toluen, benzen, xylen, methylnaftalen), halogenované uhlovodíky (například chloroform, tetrachlormethan, monochlorbenzen), ethery

Elementární analýza pro $C_{14}H_{19}O_4N$:

vypočteno:

63,38 % C, 7,22 % H, 5,28 % N,

nalezeno:

63,31 % C, 7,21 % H, 5,19 % N.

NMR δ_{CH_4} :

1,0 až 2,1 (10H),
3,3 (m, 1H),
3,71 (m, 2H),
4,15 (m, 2H),
7,0 až 7,9 (4H).

(například dioxan, tetrahydrofuran), ketony (například aceton, methylethylketon, cyklohexanon), estery (například ethylacetát, butylacetát, ethylenglykolacetát), amidy (například dimethylformamid), nitrily (například acetonitril), etheralkoholy (například ethylenglykoethylether), vodu a pod.

Jako povrchově aktivních látek, které slouží jako emulgátory, dispergátory nebo látky zlepšující smáčení plevelů, lze použít jakýchkoliv neiontových, aniontových, kationtových nebo amfoterních typů látek. Jako příklady povrchově aktivních látek lze uvést polyoxyethylenalkylethery, polyoxyethylenalkylarylethery, polyoxyethylenované estery mastných kyselin, sorbitanestery mastných kyselin, polyoxyethylenované sorbitanestery mastných kyselin, oxyethylenované polymery, oxypropylenované polymery, polyoxyethylenalkylfosfonáty, soli mastných kyselin, alkylsulfáty, alkylsulfonáty, alkylarylsulfonáty, alkylfosfáty, kvaternární amoniové soli apod. Povrchově aktivní látky se přirozeně neomezuji na tyto sloučeniny. Jako pomocných látek se může popří-

padě použít želatiny, kaseinu, alginátu sodného, škrobu, agaru, polyvinylalkoholu a podobně.

Obsah sloučeniny obecného vzorce I v herbicidních prostředcích podle vynálezu může být od 1 do 95 % hmotnostních, přednostně od 5 do 80 % hmotnostních.

Praktické herbicidní prostředky podle vynálezu jsou ilustrovány v následujících příkladech, ve kterých všechny díly znamenají díly hmotnostní. Příklady neomezují rozsah vynálezu.

Příklad I

80 dílů sloučeniny č. 19, 5 dílů polyoxyethylenalkylaryletheru a 15 dílů syntetického hydrátu oxidu křemičitého se dobře smísí za současného rozmělnování na prášek. Získá se smáčitelný prášek.

Příklad II

30 dílů sloučeniny č. 28, 7 dílů polyoxyethylenalkylaryletheru, 3 díly alkylarylsulfonátu a 60 dílů xylenu se spolu dobře smísí. Získá se emulgovatelný koncentrát.

Příklad III

5 dílů sloučeniny č. 7, 1 díl bílých sazí, 5 dílů ligninsulfonátu a 89 dílů jílů se spolu dobře mísí za současného rozmělnování na prášek. Směs se dobře natěstí s vodou, granuluje a vysuší. Získá se granulát.

Příklad IV

40 dílů bentonitu, 5 dílů ligninsulfonátu a 55 dílů jílů se spolu dobře smísí za současného rozmělnování na prášek. Směs se dobře natěstí s vodou, granuluje a vysuší. Získaný granulát neobsahuje žádnou účinnou složku. Granule se pak napustí 5 díly sloučeniny č. 21.

Příklad V

5 dílů sloučeniny č. 24, 0,5 dílu isopropylfosfátu, 64,5 dílu jílů a 30 dílů mastku se spolu dobře smísí za současného rozmělnování na prášek. Získá se popraš.

Příklad VI

20 dílů sloučeniny č. 38 se smísí se 60 díly 3% vodného roztoku polyoxyethylensorbitanmonolaurátu a směs se za vlhka zpracovává na prášek tak dlouho, až účinná složka má velikost částic 3 μm nebo menší. Ke vzniklému produktu se přidá 20 dílů 3% vodného roztoku alginátu sodného, jako stabilizátoru disperze. Získá se 100 dílů disperze.

Sloučenin obecného vzorce I podle vynálezu se může používat spolu s jinými herbicidy a/nebo fungicidy pro zlepšení jejich

účinnosti jako herbicidů a v některých případech lze očekávat synergický účinek. Jako příklady jiných herbicidů nebo fungicidů lze uvést 2,4-dichlorfenoxycetovou kyselinu, 5-[2-chlor-4-(trifluormethyl)fenoxy]-2-nitrobenzoát sodný, 2-chlor-4-ethylamino-6-isopropylamino-s-triazin, 2-methylthio-4,6-bis(isopropylamino)-s-triazin, 3-(3,4-dichlorfenyl)-1,1-dimethylmočovinu, 3-[4-(4-chlorfenoxy)fenyl]-1,1-dimethylmočovinu, 3-(α,α,α -trifluor-m-tolyl)-1,1-dimethylmočovinu, isopropyl-N-(3-chlorfenyl)-karbamát, 3,4-dichlorpropionanilid, 3-cyklohexyl-5,6-trimethyluracil, O-methyl-O-(2-nitro-5-methylfenyl)-N-sek.butylfosforoamidothioát, 3-isopropyl-1H-2,1,3-benzothiadiazin(4)-3H-on-2,2-dioxid, methanarsonát dvojsodný, N-(3,5-dichlorfenyl)-1,2-dimethylcyklopropan-1,2-dikarboximid, S-n-butyl-S-p-terc.butylbenzyl-N-3-pyridylkarbonimidát, O,O-dimethyl-O-2,6-dichlor-4-methylfenylfosforothioát, methyl-N-benzimidazol-2-yl-N-(butylkarbamoyl)karbamát, N-trichlormethylthio-4-cyklohexen-1,2-dikarboximid, cis-N-(1,1,2,2-tetrachlorethylthio)-4-cyklohexen-1,2-dikarboximid, polyoxin, streptomycin, ethylenbisdithiokarbamat zinečnatý, dimethylthiokarbamat zinečnatý, ethylenbisdithiokarbamat hořečnatý, bis(dimethylthiokarbamoyl)disulfid, tetrachlorisofthanonitril, 8-hydroxychinon, dodecylguanidinacetát, 5,6-dihydro-2-methyl-1,4-oxathiin-3-karboxanilid, x'-dichlorfluormethylthio-N,N-dimethyl-N'-fenylsulfamid, 1-(4-chlorfenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)-2-butan, 1,2-bis(3-methoxykarbonyl-2-thioureido)-benzen a podobně.

Přídavné herbicidy a/nebo fungicidy se samozřejmě neomezují na tyto příklady.

Herbicidy podle vynálezu se mohou aplikovat spolu s mikrobicidními zemědělskými chemikáliemi, insekticidy, organofosforečné řady, karbamátové řady, pyrethroidní řady, jinými insekticidy, regulátory růstu rostlin, hnojivy atd.

Dávkování sloučenin obecného vzorce I závisí na jejich druhu, na druhu pěstovaných plodin, způsobu aplikace, počasí atd. Obecně se však používá 0,1 až 20 kg, přednostně 0,5 až 5 kg účinné složky na hektar.

Aplikace sloučenin obecného vzorce I ja-

ko herbicidů je ilustrována v následujících příkladech, ve kterých se fytotoxicita vůči pěstovaným plodinám a herbicidní účinnost vůči plevelným rostlinám vyhodnocuje takto: Nadzemní části zkušebních rostlin se odříznou a zváží se [čerstvá hmotnost]. Čerstvá hmotnost ošetřené rostliny se vyjádří jako procentuální podíl čerstvé hmotnosti neošetřené rostliny (čerstvá hmotnost neošetřené rostliny = 100 %). Poškození plo-

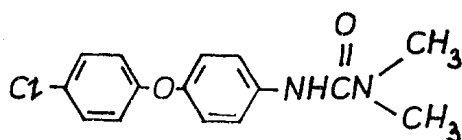
diny a herbicidní účinnost se hodnotí podle stupnice uvedené v dále uvedené tabulce. Stupně fytotoxicity 0 a 1 a stupně herbicidní účinnosti 5 a 4 se obvykle považují za uspokojivé pro dosažení ochrany pěstovaných plodin a pro potlačení plevelů. Hodnoty v případě testu s rýží za podmínek závlahového pole se vypočítávají na základě hodnot suché hmotnosti rostlin.

Čerstvá hmotnost ošetřených rostlin jako % podíl čerstvé hmotnosti neošetřených kontrolních rostlin

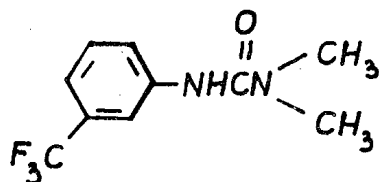
Stupeň fytotoxicity a herbicidního účinku	Pěstované rostliny	Plevelné rostliny
5	0 — 39	0
4	40 — 59	1 — 10
3	60 — 79	11 — 20
2	80 — 89	21 — 40
1	90 — 99	41 — 60
0	100	61 — 100

V příkladech se používá těchto kontrolních sloučenin:

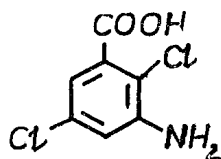
Chloroxuron



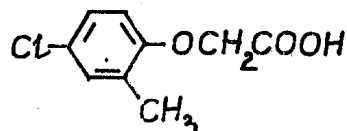
Fluometuron



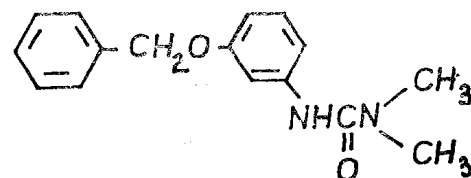
Chloramben



MCP



Kontrolní sloučenina a)



Příklad A

Zkouška postemergentní aplikace

Misky z plastické hmoty [35 × 25 × 10 cm [výška]] se vyplní běžnou polní půdou. Do misek se odděleně zasejí semena laskavce ohnutého, merlíku bílého, ředkve, slunečnice, řepně, povijnice, lilku černého, rosičky krvavé, ježatky kuří nohy a bėru zeleného a nechají se 3 týdny růst ve skleníku. Pomocí malé ruční stříkácí pistole se na listy zkušebních rostlin svrchu nastříká požadované množství zkoušené sloučeniny. Po postřiku se zkušební rostliny nechají další 3 týdny růst ve skleníku a zjišťuje se herbicidní účinnost. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 1. Při popsaných foliárních aplikacích se zkoušené sloučeniny zpracují vždy na emulgovatelný koncentrát. Požadované množství emulgovatelného koncentráту se před aplikací disperguje ve vodě v takovém množství, aby při aplikaci připadalo 500 l postřiku na 1 ha. K postřiku se přidá smáčedlo. V době aplikace jsou plevelné rostliny ve stadiu 2 až 4 listů a mají výšku 2 až 10 cm, i když se vyskytovaly určité rozdíly u různých druhů plevelných rostlin.

Herbicidní účinnost

Sloučenina číslo	Dávkování g účinné složky/ha	laskavec ohnutý	merlík bílý	ředkev	slunečnice	řepě	povijnice	lilek černý	rosička krvavá	ježatka kuří noha	bér zelený
39	1000	5	5	5	5	5	5	5	4	5	5
	500	5	5	5	5	5	5	5	3	4	3
40	2000	5	5	5	5	5	5	5	3	4	4
	1000	5	5	5	5	4	4	5	2	3	2
41	1000	5	5	5	5	5	5	5	4	4	5
	500	5	5	5	5	5	5	5	3	3	4
42	2000	5	5	5	5	5	5	5	3	3	4
	1000	5	5	5	4	5	4	5	2	2	2
43	2000	5	5	5	5	5	5	5	4	5	5
	1000	5	5	5	5	5	5	5	3	4	3
45	4000	5	5	5	5	5	5	5	3	4	3
	2000	5	5	5	5	5	4	4	2	3	2
47	4000	5	5	5	5	5	5	5	3	4	3
	2000	5	5	5	4	5	3	4	1	2	2
48	4000	5	5	5	5	5	5	5	3	4	4
	2000	5	5	5	5	5	4	5	2	3	3
49	2000	5	5	5	5	5	5	5	4	3	4
	1000	5	5	5	5	4	4	5	2	2	3
51	4000	5	5	5	5	5	5	5	3	4	4
	2000	5	5	5	5	4	3	5	2	3	2
55	4000	5	5	5	5	5	5	5	2	4	4
	2000	5	5	5	4	5	3	4	1	2	3
56	2000	5	5	5	5	5	5	5	3	3	4
	1000	5	5	5	5	5	4	5	3	2	3
57	4000	5	5	5	5	5	4	5	3	3	4
	2000	5	5	5	5	4	4	5	2	1	2
Chloroxuron	2000	5	5	5	5	5	5	5	4	4	4
	1000	5	5	5	5	5	5	5	3	3	4
Fluometuron	2000	5	5	5	5	5	5	5	4	3	4
	1000	5	5	3	4	3	4	3	4	2	3
Kontrolní	2000	4	5	4	5	4	3	5	3	2	3
sloučenina a)	1000	4	5	4	5	3	1	4	1	2	2

Příklad B

Selektivita vůči plodinám
při postemergentním ošetření

Wagnerovy kořenáče (1/500 000 ha) se vyplní běžnou polní půdou, do které se odděleně zasejí semena sóji, bavlníku, cukrovky, kukuřice, pšenice a rýže a kořenáče se 2 až 3 týdny udržují ve skleníku. Pomocí malé ruční stříkací pistole se na listy zkušebních rostlin svrchu nastříká požadované množství zkoušené sloučeniny. Po postřiku se zkušební rostliny nechají další 3 týdny růst ve skleníku a zjišťuje se fytotoxicita.

Při popsaných foliárních aplikacích se zkoušené sloučeniny zpracují vždy na emulgovatelný koncentrát. Požadované množství emulgovatelného koncentráту se před aplikací disperguje ve vodě v takovém množství, aby při aplikaci připadalo 500 l postřiku na 1 ha. K postřiku se přidá smáčedlo. Při foliární aplikaci je sója ve stadiu prvního trojlaločnatého listu, bavlník ve stadiu jednoho listu, cukrovka ve stadiu dvou listů, kukuřice ve stadiu dvou listů, pšenice ve stadiu dvou listů a rýže ve stadiu tří listů.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce 2.

TABULKA 2

Sloučenina číslo	Dávkování g účinné složky/ha	Fytotoxicita					
		sója	bavlník	cukrovka	kukuřice	pšenice	rýže
1	2000	—	—	—	1	—	0
	1000	—	—	—	0	—	0
3	2000	0	—	—	—	—	—
	1000	0	—	—	—	—	—
4	2000	0	0	—	—	—	—
	1000	0	0	—	—	—	—
5	2000	1	—	0	—	0	—
	1000	0	—	0	—	0	—
7	2000	—	1	—	—	—	0
	1000	—	0	—	—	—	0
9	2000	0	—	—	—	—	0
	1000	0	—	—	—	—	0
15	2000	—	—	—	1	1	—
	1000	—	—	—	0	0	—
17	2000	0	—	—	—	—	—
	1000	0	—	—	—	—	—
19	2000	—	—	0	—	0	0
	1000	—	—	0	—	0	0
24	2000	0	—	1	—	—	0
	1000	0	—	0	—	—	0
28	2000	—	—	0	—	—	—
	1000	—	—	0	—	—	—
31	2000	—	—	1	—	0	0
	1000	—	—	1	—	0	0
33	2000	—	—	1	—	—	—
	1000	—	—	0	—	—	—
35	2000	—	—	1	1	1	—
	1000	—	—	0	0	0	—
36	2000	—	—	—	—	0	—
	1000	—	—	—	—	0	—
38	2000	—	—	0	—	1	—
	1000	—	—	0	—	0	—
39	1000	1	—	—	0	0	—
	500	0	—	1	0	0	—
41	1000	—	—	1	—	1	—
	500	—	—	1	—	0	—
43	2000	—	—	1	1	0	—
	1000	—	—	0	0	0	—
49	2000	1	—	—	0	1	—
	1000	0	—	—	0	0	—
56	2000	—	—	—	0	0	—
	1000	—	—	—	0	0	—
Chloroxuron	2000	3	5	5	4	4	4
	1000	2	5	5	4	3	2
Fluometuron	2000	4	2	5	3	4	4
	1000	3	1	5	2	3	2
Kontrolní	2000	3	5	5	4	3	3
sloučenina (a)	1000	2	3	5	2	2	2

Příklad C

Zkouška preemergentní aplikace

Misky z plastické hmoty o rozměrech 35 × 25 × 10 cm (výška) se naplní běžnou polní půdou a odděleně se do nich zasejí semena těchto plevelných rostlin: laskavce ohnutého, merlíku bílého, ředkve, šruchy zelné a rosičky krvavé. Do stejných misek se zasejí semena sóji, bavlníku, cukrovky,

kukuřice, pšenice a rýže. Pomocí malé ruční stříkací pistole se požadované množství zkoušené sloučeniny svrchu nastříká na celý povrch půdy. Při popsanych aplikacích se zkoušené sloučeniny zpracují vždy na smáčitelný prášek. Požadované množství smáčitelného prášku se před aplikací disperguje ve vodě v takovém množství, aby při aplikaci připadalo 500 l postřiku na 1 ha. Po postřiku se zkušební rostliny 20 dnů ne-

chají růst ve skleníku a pak se podle shora uvedených kritérií určuje fytotoxicita a

herbicidní účinnost. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 3.

TABULKA 3

Sloučenina číslo	Dávkování g účinné složky/ha	Fytotoxicita					Herbicidní účinnost					
		sója	bavlník	cukrovka	kukuřice	pšenice	rýže	laskavec ohnutý	merlík bílý	ředkev	šrucha zelná	rosička krvavá
1	5000	0	0	1	0	0	0	5	5	5	5	5
	3000	0	0	1	0	0	0	5	5	5	5	4
3	5000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	4
	3000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	4
4	5000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	4
	3000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	4
7	5000	0	1	1	0	0	0	5	5	5	5	5
	3000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	4
14	5000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	4
	3000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	3
18	5000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	5
	3000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	4
19	5000	0	—	0	0	—	—	5	5	5	5	4
	3000	0	—	0	0	—	—	5	5	5	5	3
25	5000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	5
	3000	0	0	0	0	0	0	5	5	5	5	5
28	5000	—	—	0	—	—	0	5	5	5	5	3
	3000	—	—	0	—	—	0	5	5	5	5	2
38	5000	0	—	0	—	0	—	5	5	5	5	4
	3000	0	—	0	—	0	—	5	5	5	5	3
39	5000	0	0	—	—	—	0	5	5	5	5	4
	3000	0	0	—	—	—	0	5	5	5	5	4
41	5000	0	—	—	0	—	—	5	5	5	5	4
	3000	0	—	—	0	—	—	5	5	5	5	3
Chloramben	2000	0	4	—	4	2	2	4	5	3	5	5
	1000	0	4	—	3	1	1	5	3	1	5	4
Chloroxuron	4000	0	—	4	—	—	1	4	4	3	4	1
	2000	0	—	3	—	—	0	4	3	2	3	0

Příklad D

Zkouška ošetření rýže simulující podmínky závlahového pole

Wagnerovy kořenáče (1/500 000 ha) se naplní 1,5 kg půdy závlahového pole, která obsahuje semena plevných rostlin a půda se udržuje pod vodou. Do půdy se přesadí semenáčky rýže ve stadiu 3 listů, vysejí semena ježatky kuří nohy a semenáčky se ne-

chají 5 dnů růst ve skleníku. Pak se požadované množství smáčitelného prášku obsahujícího zkoušenou sloučeninu zředí vodou a prostředek se aplikuje na zatopenou půdu. 20 dnů po aplikaci se vyhodnocuje herbicidní účinnost a fytotoxicita jak na rýži a ježatce kuří noze, tak na širokolistých plevelech například *Monochoria vaginalis*, *Lindernia pyxidaria*, *Rotala indica*) a *Scirpus hotarui*. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 4.

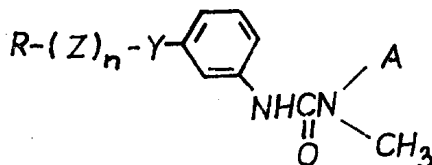
TABULKA 4

Sloučenina číslo	Dávkování g účinné složky/ha	Fytotoxicita rýže	ježatka kuří noha	Herbicidní účinnost	
				širokolisté plevele	<i>Scirpus hotarui</i>
1	2000	0	5	5	5
	1000	0	4	5	5
2	2000	0	4	5	5
	1000	0	4	5	3
3	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	3

Sloučenina číslo	Dávkování g účinné složky/ha	Fytotoxicita rýže	Herbicidní účinnost		
			ježatka kuří noha	šírokolisté plevely	Scirpus hotarui
5	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	5
6	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	4
7	2000	0	5	5	5
	1000	0	5	5	5
8	2000	0	5	5	5
	1000	0	4	5	5
9	2000	0	4	5	5
	1000	0	4	5	5
10	2000	0	5	5	5
	1000	0	3	5	4
12	2000	0	4	5	
	1000	0	3	5	5
13	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	3
15	2000	0	5	5	5
	1000	0	5	5	5
18	2000	0	5	5	5
	1000	0	4	5	5
19	2000	0	4	5	4
	1000	0	3	5	3
20	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	4
21	2000	0	5	5	5
	1000	0	3	5	4
22	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	3
23	2000	0	4	5	4
	1000	0	3	4	3
24	2000	0	5	5	5
	1000	0	4	5	5
25	2000	0	5	5	5
	1000	0	4	5	5
26	2000	0	5	5	5
	1000	0	3	5	5
28	2000	0	3	5	5
	1000	0	2	5	4
29	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	5
30	2000	0	5	5	5
	1000	0	3	5	3
31	2000	0	4	5	5
	1000	0	4	5	5
33	2000	0	5	5	5
	1000	0	4	5	5
34	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	4
38	2000	0	4	5	5
	1000	0	2	5	5
39	2000	0	5	5	5
	1000	0	4	5	5
41	2000	1	5	5	5
	1000	0	5	5	5
44	2000	0	4	5	5
	1000	0	2	5	3
46	2000	0	4	5	5
	1000	0	3	5	3
53	2000	0	4	5	4
	1000	0	3	5	3
MCP	2000	3	4	5	4
	1000	2	3	5	2

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

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



kde

R představuje C₄ až C₁₀ cykloalkylskupinu, C₄ až C₁₀ cykloalkenylskupinu, C₄ až C₁₀ cykloalkylskupinu kondenzovanou s benzenovým kruhem nebo substituovanou alespoň jednou C₁ až C₄ alkylskupinou nebo C₄ až C₁₀ cykloalkenylskupinu kondenzovanou s benzenovým kruhem nebo substituovanou C₁ až C₄ alkylskupinou,

Z představuje C₁ až C₄ alkylenskupinu, která popřípadě obsahuje na terminálním atomu uhlíku atom kyslíku,

Y představuje atom kyslíku nebo síry,

A představuje atom vodíku, methylskupinu nebo methoxyskupinu,

n představuje číslo 0 nebo 1 s tou podmínkou, že v řetězci (—Z)_n—Y— nesmějí atomy kyslíku a/nebo síry následovat za sebou.

2. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako sloučeninu obecného vzorce I obsahuje sloučeninu, ve které R představuje C₄ až C₁₀ cykloalkylskupinu, Z představuje C₁ až C₄ alkylenskupinu nebo C₁ až C₄ alkylenskupinu obsahující atom kyslíku v terminální poloze uhlíkového řetězce, Y představuje atom kyslíku, A představuje methyl nebo methoxyskupinu a n je číslo 0 nebo 1 s tou podmínkou, že v řetězci (—Z)_n—Y— nenásledují atomy kyslíku za sebou.

3. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako sloučeninu obecného vzorce I obsahuje sloučeninu, ve které R představuje C₄ až C₁₀ cykloalkylskupinu kondenzovanou s benzenovým kruhem nebo substituovanou alespoň jednou C₁ až C₄ alkylskupinou, Z představuje C₁ až C₄ alkylenskupinu nebo C₁ až C₄ alkylenskupinu obsahující atom kyslíku v terminální poloze uhlovodíkového řetězce, Y představuje atom kyslíku, A představuje methyl nebo methoxyskupinu a n je číslo 0 nebo 1 s tou podmínkou, že v řetězci (—Z)_n—Y— nenásledují atomy kyslíku za sebou.

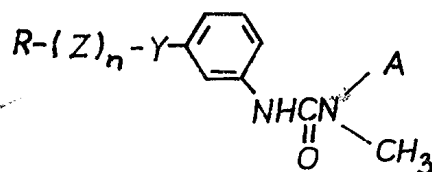
4. Herbicidní prostředek podle bodu 2, vyznačující se tím, že jako sloučeninu obecného vzorce I obsahuje N'-3-[2-(1-adaman-

tan)ethoxy]fenyl-N-methoxy-N-methylmočovinu.

5. Herbicidní prostředek podle bodu 2, vyznačující se tím, že jako sloučeninu obecného vzorce I obsahuje N'-3-[3/nebo 4/-(tricyklo[5.2.1.0^{2,6}]decyl)methoxy]fenyl-N-methoxy-N-methylmočovinu.

6. Herbicidní prostředek podle bodu 3, vyznačující se tím, že jako sloučeninu obecného vzorce I obsahuje N'-3-[2-(3-methylcyklohexyl)ethoxy]fenyl-N,N-dimethylmočovinu.

7. Způsob přípravy sloučenin obecného vzorce I



kde

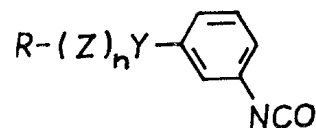
R představuje C₄ až C₁₀ cykloalkylskupinu, C₄ až C₁₀ cykloalkenylskupinu, C₄ až C₁₀ cykloalkylskupinu kondenzovanou s benzenovým kruhem nebo substituovanou alespoň jednou C₁ až C₄ alkylskupinou nebo C₄ až C₁₀ cykloalkenylskupinu kondenzovanou s benzenovým kruhem nebo substituovanou C₁ až C₄ alkylskupinou,

Z představuje C₁ až C₄ alkylenskupinu, která popřípadě obsahuje na terminálním atomu uhlíku atom kyslíku,

Y představuje atom kyslíku nebo síry,

A představuje atom vodíku, methylskupinu nebo methoxyskupinu a

n představuje číslo 0 nebo 1 s tou podmínkou, že v řetězci (—Z)_n—Y— nesmějí atomy kyslíku a/nebo síry následovat za sebou, podle bodu 1, vyznačující se tím, že se nechá derivát fenylisokyanátu obecného vzorce II



kde

R, Y, Z a n mají shora uvedený význam, reagovat s monomethylaminem, dimethylaminem nebo N,O-dimethylhydroxylaminem v organickém rozpouštědle, jako benzen, toluen, xylenu, diethyletheru, tetrahydrofuranu, dioxanu, N,N-dimethylformamidu, chloroformu nebo tetrachlormethanu nebo ve vodě nebo v jejich směsi při teplotě od 0 do 50 °C.