



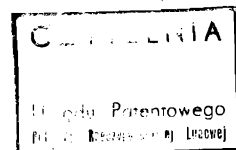
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 30.05.78 (P. 207194)

Pierwszeństwo: 31.05.77 Francja

Zgłoszenie ogłoszono: 26.02.79

Opis patentowy opublikowano: 31.03.1982



Int. Cl.²

A01N 9/12

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Philagro, Lyon (Francja)

Środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy zawierający nowe tiolokarbaminiany izoksali-
lo-alkilowe.

Nowe tiolokarbaminiany izoksali-alkilowe są to związki o ogólnym wzorze 3, 4, w którym R_1 i R_2 ,
takie same lub różne, oznaczają atom wodoru,
liniowy lub rozgałęziony rodnik alkilowy zawierający od 1 do 6 atomów węgla, rodnik cykloalkilowy zawierający od 3 do 6 atomów węgla, rodnik alkohylowy zawierający od 2 do 4 atomów węgla, rodnik alkoksylowy zawierający od 1 do 6 atomów węgla, rodnik alkoksyal-
kilowy którego każda część alkilowa zawiera od 1 do 4 atomów węgla, rodnik aryłowy, ewentualnie podstawiony, rodnik aryloalkilowy, ewentualnie podstawiony, którego część alkilowa zawiera od 1 do 4 atomów węgla, lub nasycony lub nienasycony, pięcio- lub sześcioczłonowy rodnik heterocykliczny zawierający jako heteroatom atom tlenu, azotu lub siarki, R_1 i R_2 , wraz z atomem azotu, do którego są przy-
łączone, mogą tworzyć nasycony lub nienasycony, ewentualnie podstawiony, pięcio- do ośmioczłonowy rodnik heterocykliczny, który jako heteroatom może zawierać obok atomu azotu również atom tlenu, R_3 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy zawierający od 1 do 4 atomów węgla, Y i Y' , takie same lub różne, oznaczają atom wodoru lub chlorowca, rodnik alkilowy zawierający od 1 do 6 atomów węgla, rodnik trójfluorometylowy lub rodnik aryłowy, ewentualnie podstawiony.

2

Związki stanowiące substancję czynną środka według wynalazku odznaczają się na ogół wybitnym działaniem chwastobójczym w stosunku do dziko rosnących roślin trawiastych, jak na przykład owies głuchy (*Avena fatua*), palusznik (*Digitaria sanguinalis*), chwastnica (*Echinochloa crus-galli*), żywica wielokwiatowa (*Lolium multiflorum*), włosnica (*Setaria faberi*) i wyczyniec polny (*Alopecurus myosuroides*). Niektóre z nich odznaczają się ponadto silnym działaniem chwastobójczym w stosunku do niektórych dziko rosnących roślin dwuliściennych, jak komosa biała (*Chenopodium album*), psianka (*Solanum nigrum*), gorczyca polna (*Synapis arvensis*), gwiazdnica (*Stellaria media*). Związki te można stosować do niszczenia chwastów w uprawach takich roślin, jak kukurydza, orzeszki arachidowe, rzepak, bawełna, soja, słonecznik, zboże, fasola i ryż, aplikując je przed siewem lub po wzejściu upraw.

W opisie patentowym francuskim nr 2205514 zastrzegane są pochodne kwasów tiolokarbaminowego i dwutiolokarbaminowego jako biologicznie rozkładalne środki chwastobójcze o ogólnym wzorze 5, w którym A, B, C, takie same lub różne, oznaczają atomy tlenu, azotu lub siarki, członny $-CH_2-$ lub rodniki NR_3 , w których R_3 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy, Z oznacza atom tlenu lub siarki, D oznacza atom chlorowca, rodnik alkilowy, grupę NO_2 lub SR_4 , w której R_4 oznacza atom wodoru lub alkil, R_1 i R_2 , takie same

lub różne, oznaczają atom wodoru lub niższy rodnik alkilowy.

Powyższy wzór ogólny obejmuje bardzo dużą liczbę związków należących do różnych grup związków chemicznych. Jedynymi związkami opisanymi w przykładach są tilokarbaminiany imidazoloalkilowe, oksadiazoliloalkilowe i tiazoliloalkilowe.

Związki według wynalazku wytwarza się w sposób analogiczny jak omówiono w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr. 3579525 sposobu wytwarzania tiolo- lub dwutioloalkarbaminianów pirydylometylowych z tym, że zastosowano go do wytwarzania karbaminianów izoksazoliloalkilowych według ogólnego schematu 1, w którym Y, Y', R₁, R₂ i R₃ mają to samo znaczenie co we wzorze 3, 4, zaś X oznacza atom chloru lub bromu.

W tym celu działa się najpierw aminą HNR₁R₂ na tlenochlorek węgla w obecności węglanu sodowego w środowisku wodnym lub wodno-organicznym w temperaturze od 0° do 20°C, korzystnie około 10°C, otrzymując tioloalkarbaminian sodowy, po czym do mieszaniny reakcyjnej dodaje się halogenoalkilo-izoksazol, prowadząc reakcję w temperaturze od 0° do 80°C. Po okresie mieszania, trwającym od 1 do 4 godzin, mieszaninę reakcyjną dekantuje się, ekstrahując fazę wodną rozpuszczalnikiem, na przykład benzenem. Otrzymaną fazę organiczną przemywa się, odwadnia i usuwa zwykłymi sposobami rozpuszczalnik, na przykład przez odparowanie pod zmniejszonym ciśnieniem.

Zależnie od tego, któremu z podanych wyżej wzorów 3 i 4 ma odpowiadać związek, który chce się wytworzyć, stosuje się jako produkt wyjściowy halogenoalkilo-izoksazol odpowiadający odpowiedniemu wzorowi 6, 7 lub 8, w których to wzorach R₁, R₂, R₃, X, Y i Y' mają wyżej podane znaczenie.

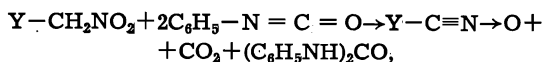
5-halogenoalkilo-izoksazole o wzorze 6 można wytworzyć jednym z wielu znanych sposobów.

Według jednego sposobu, związku o wzorze 6, w którym X, Y i R₃ mają wyżej podane znaczenie zaś Y' oznacza atom wodoru lub alkilowy, trójfluorometylowy lub aryłowy, ewentualnie podstawiony rodnik, wytwarza się przez cykloaddycję tlenku nitrylu do halogenoalkinu według schematu 2.

Sposób ten, dotyczący wytwarzania 3-fenilo-5-chlorometylo-izoksazolu jest opisany w Atti Soc. peloritana Sci. fis. mat. nat. 3, 176—86 (1956—57).

Z uwagi na nietrwałość tlenku nitrylu zaleca się wytwarzać ten tlenek in situ.

W tym celu, według pierwszego znanego skąd inąd sposobu, dehydratyzuje się nitroalkan o wzorze Y-CH₂NO₂ za pomocą fenyloizocyjanianu w obecności trzeciorzędowej aminy według schematu:

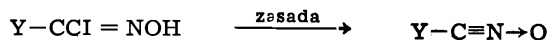


w którym Y ma wyżej podane znaczenie.

Sposób ten, dotyczący wytwarzania 3-alkilo-5-halogenometylo-izoksazolu został opisany w J.

Amer. Chem. Soc. 82, 5339 (1960), jak też w patencie belgijskim nr 772490.

Tlenek nitrylu można również wytworzyć in situ innym znanym sposobem, działając nieograniczoną lub ograniczoną zasadą na chloroaldoksym według schematu:



Sposób ten, dotyczący wytwarzania 3-metylo-5-chlorometylo-izoksazolu jest opisany w Atti Soc. peloritana Sci. fis. mat. nat. 3, 179—86 (1956—57).

Chloroaldoksym można również wytworzyć in situ działając chlorem na aldoksym w temperaturze od -20°C do +5°C, bądź w środowisku rozpuszczalnika organicznego, na przykład chlorku metylenu, lub eteru naftowego, bądź w środowisku wodnym, na przykład rozcieńczonego roztworu wodnego kwasu chlorowodorowego.

5-halogenoalkilo-izoksazol o wzorze 9, w którym Y ma wyżej podane znaczenie zaś Y' oznacza atom chlorowca można otrzymać bezpośrednio przez halogenowanie związków o wzorze 10 w sposób znany i opisany w Rend. ist. lombardo sci. 69, 587—601 (1936) dotyczący wytwarzania 5-metylo-4-chloro-izoksazolu i 5-metylo-4-bromo-izoksazolu.

3-halogenoalkilo-izoksazole o wzorze 7 można wytworzyć następującymi sposobami.

Jeden z nich polega na tym, że związki o wzorze 7, w którym X i Y' mają znaczenie podane wyżej zaś Y oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy, trójfluorometylowy lub aryłowy, ewentualnie podstawiony, można wytworzyć działając chlorkiem kwasu na alkin a następnie traktując otrzymany halogenoalkilowinyloketon chlorowodorkiem hydroksyloaminy według schematu 3 i 4.

Związki o wzorze 7, w którym Y oznacza atom chlorowca można otrzymać przez halogenowanie związków, w których Y oznacza atom wodoru, w sposób opisany w wyżej cytowanym Rend. ist. lombardo Sci. 69, 587—601 (1936).

4-halogenoalkilo-izoksazole o wzorze 8 można otrzymać w sposób znany i opisany w Zur. Obszcz. Chim. 28, 2736—45 (1958), a dotyczący wytwarzania 3-metylo-4-chlorometylo-izoksazolu, 5-metylo-4-chlorometylo-izoksazolu, 4-chlorometylo-izoksazolu i 5-fenilo-4-chlorometylo-izoksazolu.

Według tego sposobu 4-chloroalkilo-izoksazole o wzorze 11, w którym R₃, Y i Y' mają wyżej podane znaczenie, otrzymuje się przez działanie paraformaldehydem i kwasem chlorowodorowym w obecności ZnCl₂ na izoksanol o wzorze 12.

4-bromoalkilo-izoksazole i 4-jodoalkilo-izoksazole można otrzymać wychodząc z 4-chloroalkilo-izoksazoli w sposób opisany w Izwiest. Akad. Nauk SSSR, Otdiel Chim. Nauk 1952, 87—92.

Niżej podane przykłady objaśniają wynalazek nie ograniczając jednak w żadnym przypadku jego zakresu.

W przykładach I—VI, VII—VIII oraz IX opisano przykładowo sposoby wytwarzania halogenoalkilo-izoksazoli odpowiednio o ogólnych wzorach 6, 7 i 8 natomiast w przykładach X—XIII sposoby wytwarzania tioloalkarbaminianów izoksazoliloalki-

lowych oraz doświadczenia wykazujące działanie chwastobójcze tych związków.

Przykład I. Sposób wytwarzania 3-metylo-5-chlorometylo-izoksazolu z nitroetanu.

238,0 g (2 mole) izocyjanianu fenylu i 82,0 g (1,1 mola) 3-chloro-propynu w 500 ml benzenu podgrzewa się do temperatury 85°C po czym dodaje kroplami roztworu 75,0 g (1 mol) nitroetanu i 10 ml trójetyleaminy w 250 ml benzenu. Po upływie kilku minut pojawia się osad mocznika i wydziela się dwutlenek węgla. Roztwór wkrapla się z taką szybkością, by mieszanina reakcyjna utrzymywała się w stanie wrzenia bez doprowadzania ciepła z zewnątrz. Po zakończeniu wkrapiania mieszaninę ogrzewa się w ciągu godziny pod chłodnicą zwrotną. Po ochłodzeniu mieszaninę reakcyjną przesącza się, przesącz zateża a pozostałość destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 97,0 g 3-metylo-5-chlorometylo-izoksazolu. Temperatura wrzenia: 80°C/15 mm Hg. Wydajność 73,7%.

Przykład II. Postępując jak w przykładzie I i stosując odpowiednie substancje wyjściowe otrzymuje się następujące związki:

3-metylo-5-bromometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 50°C/0,5 mm Hg,

3-etylo-5-chlorometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 90°C/13 mm Hg. $n_D^{20} = 1,454$,

3-metylo-5-(1-chloro-etylo)-izoksazol. Temperatura wrzenia: 82°C/14 mm Hg. $n_D^{25} = 1,4755$.

Przykład III. Sposób wytwarzania 3-III. rzęd.-butylo-5-chlorometylo-izoksazolu z piwaldoksymu.

37,8 g (0,37 mola) piwaldoksymu rozpuszczonego w 400 ml chlorku metylenu chloruje się 26,5 g (0,37 mola) chloru w temperaturze -5° do 0°C. Po 30 minutach mieszania w temperaturze 0°C dodaje się 28 g (0,37 mola) 3-chloro-propynu i wlewa, energicznie mieszając, 30 g (0,75 mola) węglanu sodowego rozpuszczonego w 200 ml wody w temperaturze około 5°C. Mieszanie kontynuuje się przez całą noc pozwalając mieszaninie dojść do temperatury pokojowej. Mieszaninę dekantuje się a warzę wodną ekstrahuje chlorkiem metylenu. Połączone fazy organiczne odwadnia się a rozpuszczalnik odparowuje. Pozostałość destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem i otrzymuje 56,2 g 3-III.rzęd.-butylo-5-chlorometylo-izoksazolu. Wydajność 85,5%. Temperatura wrzenia: 80°C/15 mm Hg.

Przykład IV. Postępując jak w przykładzie III i stosując odpowiednie substancje wyjściowe otrzymuje się następujące związki:

3-metylo-5-chlorometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 85°—89°C/19 mm Hg, $n_D^{25} = 1,4797$,

3-n-propylo-5-chlorometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 110°—112°C/14 mm Hg, $n_D^{20} = 1,4744$,

3-izopropylo-5-chlorometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 100°—106°C/15 mm Hg, $n_D^{20} = 1,4707$,

3-izopropylo-5-(1-chloro-etylo)-izoksazol. Temperatura wrzenia: 102°—106°C/14 mm Hg,

3-fenilo-5-chlorometylo-izoksazol. Temperatura topnienia: 69,2°C,

3-(2,6-dwuchloro-fenilo)-5-chlorometylo-izoksa-

zol: Temperatura wrzenia: 148°—149°C/0,05 mm Hg. $n_D^{20} = 1,5883$.

Przykład V. Sposób wytwarzania 3-metylo-4-chloro-5-(1-chloro-etylo)-izoksazolu przez chlorowanie 3-metylo-5-(1-chloro-etylo)-izoksazolu.

29,1 g (0,2 mola 3-metylo-5-(1-chloro-etylo)-izoksazolu dodaje się kroplami do 54,0 g (0,4 mola) chlorku siarczyny w temperaturze pokojowej i pozostawia w tej temperaturze przez 48 godzin, po czym mieszaninę reakcyjną zateża się i destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 31,0 g 3-metylo-4-chloro-5-(1-chloro-etylo)-izoksazolu. Temperatura wrzenia: 89—91°C/17 mm Hg. Wydajność: 86,1%.

Przykład VI. Postępując jak w przykładzie V i stosując odpowiednie substancje wyjściowe otrzymuje się następujące produkty:

3-metylo-4-chloro-5-chlorometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 38°—84°C/15 mm Hg, $n_D^{25} = 1,4935$,

3-metylo-4-bromo-5-bromometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 90°—93°C/11 mm Hg, temperatura topnienia 38°C,

3-etylo-4-chloro-5-chlorometylo-izoksazol. Temperatura wrzenia: 97°—100°C/17 mm Hg, $n_D^{25} = 1,4905$,

3-izopropylo-4-chloro-5-(1-chloro-etylo)-izoksazol. $n_D^{25} = 1,4786$.

Przykład VII.

113 g (1 mol) chlorku jednochloroacetylu dodaje się kroplami do zawiesiny 180 g chlorku glinowego w 400 ml bezwodnego dwuchloroetanu w temperaturze poniżej 5°C. Przez mieszaninę reakcyjną przepuszcza się acetylen utrzymując temperaturę od 0°C do 10°C w ciągu 3 godzin i 30 minut. Mieszaninę reakcyjną wlewa się do 1 kg lodu z dodatkiem 20 ml stężonego kwasu chlorowodorowego. Po 30 minutach mieszania mieszaninę dekantuje się i ekstrahuje fazę wodną 2×100 ml chlorku metylenu. Fazę organiczną przemywa się kolejno wodą, roztworem dwuwęglanu sodowego i na koniec wodą, po czym po odparowaniu rozpuszczalnika suszy pozostałość nad MgSO₄. Pozostałość destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem i otrzymuje 105,1 g chlorometylo-2-chlorowinylo-ketonu (90% izomeru trans+10% izomeru cis). Temperatura wrzenia 74°—79°C/18 mm Hg. Wydajność 76,3%.

60,0 g (0,43 mola) chlorometylo-chlorowinylo-ketonu i 30,0 g (0,43 mola) chlorowodoru hydroksyloaminy w roztworze 300 ml metanolu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w ciągu 3 godzin, po czym oddestylowuje się metanol pod ciśnieniem atmosferycznym a pozostałość wprowadza do 250 ml chlorku metylenu. Wydzieloną fazę wodną dekantuje się i ekstrahuje chlorkiem metylenu. Po odwodnieniu fazy organicznej nad siarczanem magnezowym i odparowaniu rozpuszczalnika pozostałość destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem i otrzymuje 40,9 g 3-chlorometylo-izoksazolu. Temperatura wrzenia 63°—66°C/19 mm Hg. Wydajność 80,7%.

Przykład VIII. Postępując jak w przykładzie VII i stosując odpowiednie substancje wyjściowe otrzymuje się następujące związki:

3-(1-chloro-etylo)-izoksazol. Temperatura wrzenia: 67°—68°C/21 mm Hg, $n_D^{25} = 1,4685$,

3-chlorometylo-izoksazol,

3-(1-chloro-etylo)-5-metylo-izoksazol.

Przykład IX. Wytwarza się 4-chlorometylo-3,5-dwumetylo-izoksazol w sposób opisany. Ob-
szc *Chim.* **28**, 2736—45 (1958). Temperatura wrzenia: 90°—95°C/16 mm Hg.

Przykład X. Sposób wytwarzania N,N-dwu-
n-propylo-tiolokarbaminianu (3-metylo-izoksazol-
5-ilo)-metylu (związek nr 3).

115,2 g (2,88 mola) wodorotlenku sodowego w pa-
stulkach i 290,9 g (2,88 mola) dwu-n-propyloaminy
rozpuszcza się w 2,5 l wody i ochładza do tempe-
ratury 10°C na łaźni z lodem. W roztworze tym
absorbują się 172,8 g (2,88 mola) tlenosiarczku
węgla przepuszczając go przez bełkotkę z porowa-
tego szkła i skraplając niezaabsorbowany gaz
w chłodnicy chłodzonej mieszaniną oziębiającą
suchy lód/aceton. Mieszaninę reakcyjną miesza się
następnie w ciągu 10 minut w temperaturze 10°C,
po czym dodaje od razu 315,6 g (2,4 mola) 3-mety-
lo-5-chlorometylo-izoksazolu i miesza w ciągu 3
godzin pozwalając dojść do temperatury pokojo-
wej a następnie dekantuje i ekstrahuje fazę wod-
ną 2X500 ml benzenu. Połączone fazy organiczne
przemycza się wodą do odczynu obojętnego, od-
wadnia nad siarczanem magnezowym, zateża i de-
styluje pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje
się 526,6 g N,N-dwu-n-propylo-tiolokarbaminianu
(3-metylo-izoksazol-5-ilo)-metylu. Temperatura
wrzenia 137°C/0,06 mm Hg. $n_D^{25} = 1,5091$. Wydaj-
ność 85,7%.

Sposób wytwarzania wyjściowego 3-metylo-5-
chlorometylo-izoksazolu opisano w przykładzie I.

Przykład XI. Sposób wytwarzania N,N-dwu-
izopropylo-tiolokarbaminianu (3-metylo-izoksazol-
5-ilo)-metylu (związek nr 10).

120 g (3 mole) wodorotlenku sodowego i 303 g
(3 mole) dwuizopropyloaminy rozpuszcza się w 1,5
l wody i ochładza do temperatury 10°C. W roz-
tworze tym absorbują się 135 g (2,25 mola) tleno-
siarczku węgla przepuszczając go przez bełkotkę
z porowatego szkła i skraplając niezaabsorbowany
gaz w chłodnicy chłodzonej mieszaniną oziębiającą
suchy lód/aceton. Po 10 minutach mieszania
w temperaturze 10°C dodaje się od razu, ener-
gicznie mieszając, 197,2 g (1,5 mola) 3-metylo-5-
chlorometylo-izoksazolu, przy czym natychmiast
wytrąca się biały osad. Mieszanie kontynuuje się
przez dalsze 4 godziny pozwalając dojść do tem-
peratury pokojowej, po czym osad odsacza się,
przemycza wodą do odczynu obojętnego a nastę-
pnie suszy w temperaturze 40°C pod zmniejszonym
ciśnieniem. Otrzymuje się 353,5 g N,N-dwuizpro-
pylo-tiolokarbaminianu (3-metylo-izoksazol-5-ilo)-
metylu. Temp. topnienia 67—68°C. Wydajność 92%.

Sposób wytwarzania 3-metylo-5-chlorometylo-
izoksazolu opisano w przykładzie I.

Przykład XII. Postępując jak w przykładzie
X i stosując odpowiednie substancje wyjściowe
otrzymuje się związki nr 1, 2, 4—9 i 11—70. Ich
własności fizyko-chemiczne podano w załączonych
tablicach.

W tablicach tych użyto następujących symboli
dla oznaczenia grup alkilowych:

Me — grupa metylowa

Et — grupa etylowa

Pr — grupa n-propylowa

izo-Pr — grupa izopropylowa

Bu — grupa n-butylova, pierwszorzędowa

sec. Bu — grupa n-butylova, drugorzędowa

izo-Bu — grupa izobutylova

ter-Bu — grupa butylova, trzeciorzędowa.

Oznaczenie (2), (3) lub (4) umieszczone pod nu-
merem każdego związku wskazuje, jakim wzo-
rowi, 2, 3 lub 4, ten związek odpowiada.

Przykład XIII. Badanie działania chwasto-
bójczego w szklarni, przed zbiorem upraw.

Do doniczek o wymiarach 9X9X9 cm napelnio-
nych lekką ziemią ogrodniczą wysiewa się okre-
śloną ilość ziarna zależną od rodzaju rośliny i wiel-
kości ziarna. Zasiane ziarna pokrywa się następ-
nie warstwą ziemi grubości około 3 mm.

Po zwilżeniu ziemi doniczki traktuje się przez
opryskiwanie określoną ilością cieczy przypadają-
cą na jedną doniczkę a odpowiadającą objętości
500 l/ha i zawierającą substancję aktywną w ża-
danej dawce.

Ciecz do opryskiwania wytwarza się przez roz-
cieńczenie wodą emulgującego się koncentratu
o następującym składzie wagowym:

— badanej substancji aktywnej	20%
— środka zwilżającego i dyspergującego	10%
— cykloheksanonu (rozpuszczalnika)	70%

do takiego stężenia, by zawartość substancji czyn-
nej odpowiadała żądanej dawce. Doświadczenia
przeprowadzono stosując dawki substancji aktyw-
nej wynoszące od 1 kg/ha do 8 kg/ha.

Opryskane doniczki umieszcza się następnie
w kadziach służących jako zbiorniki wody do
podlewania oddolnego i utrzymuje przez 35
dni w temperaturze pokojowej przy wilgotności
względnej powietrza 70%.

Po upływie 35 dni dokonuje się oceny stopnia
zniszczenia chwastów i roślin uprawnych w po-
równaniu z grupą kontrolną doniczek traktowa-
nych w tych samych warunkach cieczą do oprys-
kiwania nie zawierającą substancji aktywnej.

Badania przeprowadzono na następujących ga-
tunkach roślin uprawnych i chwastów:

Rośliny uprawne, trawiaste:

Pszenica (<i>Triticum vulgare</i>)	BL
Kukurydza (<i>Zea mays</i>)	MA
Ryż (<i>Oryza sativa</i>)	RI

Rośliny uprawne, dwuliścienne:

Orzeszki arachidowe (<i>Arachis hypogea</i>)	AR
Rzepak (<i>Brassica napus</i>)	CZ
Bawełna (<i>Gossypium barbadense</i>)	CT
Fasola (<i>Phaseolus vulgaris</i>)	HA
Soja (<i>Glycine max.</i>)	SO
Słonecznik (<i>Helianthus annuus</i>)	TO

Chwasty trawiaste:

Owies głuchy (<i>Avena fatua</i>)	FA
Palusznik (<i>Digitaria sanguinalis</i>)	DI
Chwastnica (<i>Echinochloa crus-galli</i>)	PA
Żywica wielokwiatowa (<i>Lolium mul- tiflorum</i>)	RA

Tablica 1
Związki o wzorze

Związek Nr	R ₁	R ₂	R ₃	Y	Y'	Wzór sumaryczny	Ciepła cząstecz- kowy	Właściwości fizyczne	Wydajność %	Analiza elementarna
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1 (2)	Me	Me	H	Me	H	C ₈ H ₁₂ N ₂ O ₂ S	200	Temp. wrz. 112°C/0,008 mm Hg Temp. top. 33—34°C	68,5	Obliczono: C H N S 48,00 6,09 14,00 16,00 Znaleziono: 48,09 6,07 14,14 15,98
2 (2)	Et	Et	H	Me	H	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₂ S	228	Temp. wrz. 117°C/0,02 mm Hg Temp. top. 38—39°C	55,8	Obliczono: C H N S 52,63 7,02 12,88 14,09 Znaleziono: 52,50 6,97 12,42 14,21
3 (2)	Pr	Pr	H	Me	H	C ₁₂ H ₂₀ N ₂ O ₂ S	256	Temp. wrz. 137°C/0,06 mm Hg n _D ²⁵ : 1,5091	85,7	Obliczono: C H N 56,23 7,87 10,93 Znaleziono: 56,21 7,91 10,92
4 (2)	Bu	Bu	H	Me	H	C ₁₄ H ₂₄ N ₂ O ₂ S	284	Temp. wrz. 104°C dest. mol. n _D ²⁵ : 1,5047	70,4	Obliczono: C H N S 59,15 8,45 9,86 11,27 Znaleziono: 59,09 8,42 9,37 11,36
5 (2)	Me	Pr	H	Me	H	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₂ S	228	Temp. wrz. 132°C/0,06 mm Hg n _D ²⁵ : 1,5185	77,3	Obliczono: C H N 52,63 7,02 12,23 Znaleziono: 51,16 7,14 12,29
6 (2)	Me	izo-Pr	H	Me	H	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₂ S	228	Temp. wrz. 116—113°C/0,05 mm Hg n _D ²⁵ : 1,5203	58,5	Obliczono: C H N 52,63 7,02 12,28 Znaleziono: 51,66 7,07 12,26

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
7 (2)	Me	Bu	H	Me	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	Temp. wrz. 128°C/0,075 mm Hg $n_D^{25} : 1,5142$	75,9	Obliczono: C H N 54,54 7,44 11,57 Znaleziono: 53,21 7,71 11,27
8 (2)	Me	sec-Bu	H	Me	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	Temp. wrz. 129°C/0,065 mm Hg $n_D^{25} : 1,5153$	80,7	Obliczono: C H N 54,54 7,44 11,57 Znaleziono: 53,47 7,63 11,34
9 (2)	Et	Bu	H	Me	H	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	Temp. wrz. 112—118°C/0,06 mm Hg $n_D^{25} : 1,5097$	65,3	Obliczono: C H N 56,25 7,81 10,94 Znaleziono: 55,26 7,87 11,03
10 (2)	izo-Pr	izo-Pr	H	Me	H	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	Temp. top. 67—68°C	92	Obliczono: C H N S 56,22 7,86 10,93 12,50 Znaleziono: 56,08 7,92 10,93 12,49
11 (2)	izo-Bu	izo-Pr	H	Me	H	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	Temp. wrz. 114—119°C/0,055 mm Hg $n_D^{25} : 1,5020$	84,5	Obliczono: C H N 59,15 8,45 9,86 Znaleziono: 59,41 8,56 9,86
12 (2)	Et	Et	H	Et	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	Temp. wrz. 120°C/0,02 mm Hg $n_D^{25} : 1,5134$	68,9	Obliczono: C H N S 54,55 7,44 11,57 13,22 Znaleziono: 54,59 7,47 11,51 13,30
13 (2)	Pr	Pr	H	Et	H	$C_{13}H_{22}N_2O_2S$	270	Temp. wrz. 120°C/0,013 mm Hg $n_D^{25} : 1,5066$	59,2	Obliczono: C H N S 57,78 8,15 10,37 11,85 Znaleziono: 58,04 7,88 10,35 11,98

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
14 (2)	izo-Pr	izo-Pr	H	Et	H	$C_{13}H_{22}N_2O_2S$	270	Temp. wrz. 120°C/0,06 mm Hg $n_{25}^D : 1,5081$	79,2	Obliczono: C H N 57,78 8,15 10,37 Znalezione: 57,86 8,28 10,41
15 (2)	Pr	Pr	H	Pr	H	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	$n_{25}^D : 1,5013$	85,5	Obliczono: C H N S 59,15 8,45 9,86 11,27 Znalezione: 59,08 8,56 9,89 11,38
16 (2)	izo-Pr	izo-Pr	H	Pr	H	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	Temp. wrz. 130°C/0,06 mm Hg $n_{25}^D : 1,5038$	62	Obliczono: C H N 59,15 8,45 9,86 Znalezione: 59,37 8,50 10,06
17 (2)	Et	Et	H	izo-Pr	H	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	Temp. wrz. 121°C/0,001 mm Hg $n_{25}^D : 1,5090$	38,8	Obliczono: C H N S 56,23 7,81 10,94 12,50 Znalezione: 56,24 7,88 10,88 12,57
18 (2)	Pr	Pr	H	izo-Pr	H	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	Temp. wrz. 129—132°C/ $n_{25}^D : 1,5028$	50,6	Obliczono: C H N S 59,15 8,45 9,86 11,27 Znalezione: 59,16 8,55 10,01 11,29
19 (2)	izo-Pr	izo-Pr	H	izo-Pr	H	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	Temp. wrz. 123°C/0,06 mm Hg $n_{25}^D : 1,5030$	66,5	Obliczono: C H N 59,15 8,45 9,86 Znalezione: 59,10 8,48 9,92
20 (2)	Pr	Pr	H	ter-Bu	H	$C_{15}H_{26}N_2O_2S$	298	$n_{25}^D : 1,5013$	90	Obliczono: C H N S 60,40 8,72 9,40 10,74 Znalezione: 60,46 8,60 9,39 10,68

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
21 (2)	izo-Pr	izo-Pr	H	ter-Bu	H	$C_{13}H_{26}N_2O_2S$	298	Temp. wrz. 122°C/0,06 mm Hg $n_{25}^D : 1,5003$	75,8	Obliczono: C H N 60,40 8,72 9,40 Znalezione: 60,36 8,63 9,91
22 (2)	Pr	Pr	H	Wzór 13	H	$C_{17}H_{22}N_2O_2S$	318	$n_{25}^D : 1,5663$	86,7	Obliczono: C H N S 64,15 6,92 8,80 10,06 Znalezione: 64,16 6,86 8,95 9,99
23 (2)	Et	Et	H	Wzór 14	H	$C_{15}H_{16}Cl_2N_2O_2S$	359	$n_{25}^D : 1,5885$	87,4	Obliczono: C H N S 50,14 4,45 7,80 8,91 Znalezione: 49,94 4,44 7,76 8,81
24 (2)	Pr	Pr	H	Wzór 14	H	$C_{17}H_{20}Cl_2N_2O_2S$	387	$n_{25}^D : 1,5706$	90	Obliczono: C H N S 52,71 5,17 7,23 8,27 Znalezione: 52,66 5,14 6,85 7,90
25 (2)	Et	Et	Me	Me	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	Temp. wrz. 118°C/0,015 mm Hg $n_{25}^D : 1,5137$	56,2	Obliczono: C H N S 54,50 7,44 11,57 13,22 Znalezione: 54,60 7,46 11,48 13,16
26 (2)	Pr	Pr	Me	Me	H	$C_{13}H_{22}N_2O_2S$	270	Temp. wrz. 120°C/0,001 mm Hg $n_{25}^D : 1,5070$	30,6	Obliczono: C H N S 57,78 8,15 10,37 11,85 Znalezione: 57,97 7,91 10,46 12,01
27 (2)	Pr	Pr	Me	izo-Pr	H	$C_{15}H_{26}N_2O_2S$	298	Temp. wrz. 134—137°C/0,003 mm Hg $n_{25}^D : 1,5040$	57,7	Obliczono: C H N 60,40 8,72 9,39 Znalezione: 58,70 8,39 8,65

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
28 (2)	Et	Et	H	Me	Cl	$C_{10}H_{13}ClN_2O_2S$	262,5	Temp. wrz. 126°C/0,06 mm Hg $n_{25}^D : 1,5245$	66,9	Obliczono: C H N S 45,71 5,71 10,67 12,15 Znalezione: 45,68 5,63 10,50 12,31
29 (2)	Pr	Pr	H	Me	Cl	$C_{12}H_{18}ClN_2O_2S$	290,5	Temp. wrz. 128°C/0,045 mm Hg $n_{25}^D : 1,5154$	81,6	Obliczono: C H N S 49,57 6,54 9,64 11,01 Znalezione: 49,73 6,56 9,63 10,96
30 (2)	Pr	Pr	H	Me	Br	$C_{12}H_{18}BrN_2O_2S$	335	$n_{25}^D : 1,5298$	70	Obliczono: C H N S 42,98 5,67 8,36 9,55 Znalezione: 43,07 5,70 8,32 9,60
31 (2)	Et	Et	H	Et	Cl	$C_{11}H_{17}ClN_2O_2S$	276,5	Temp. wrz. 120—123°C/0,02 mm Hg $n_{25}^D : 1,5196$	81,8	Obliczono: C H N S 47,74 6,15 10,13 11,57 Znalezione: 47,70 6,19 10,07 11,60
32 (2)	Pr	Pr	H	Et	Cl	$C_{13}H_{21}ClN_2O_2S$	304,5	$n_{25}^D : 1,5146$	97,2	Obliczono: C H N S 51,23 6,90 9,19 10,51 Znalezione: 51,12 7,05 9,18 10,60
33 (2)	Me	Me	Me	Me	Cl	$C_9H_{13}ClN_2O_2S$	248,5	Temp. wrz. 106—109°C/0,03 mm Hg $n_{25}^D : 1,5273$	35,8	Obliczono: C H N S 43,46 5,23 11,27 12,88 Znalezione: 43,70 5,04 11,40 12,89
34 (2)	Et	Et	Me	Me	Cl	$C_{11}H_{17}ClN_2O_2S$	276,5	Temp. wrz. 114—119°C/0,03 mm Hg $n_{25}^D : 1,5214$	44	Obliczono: C H N S 47,74 6,15 10,13 11,57 Znalezione: 47,73 6,12 9,98 11,56

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
35 (2)	Pr	Pr	Me	Me	Cl	$C_{13}H_{21}ClN_2O_2S$	304,5	Temp. wrz. 122–12°C 0,016 mm Hg $n_D^{25} : 1,5128$	47,5	Obliczono: C H N S 51,23 6,90 9,19 10,51 Znalezione: 50,94 7,14 9,07 10,56
36 (2)	$-CH_2-CH=CH_2$	$-CH_2-CH=CH_2$	H	Me	H	$C_{12}H_{18}N_2O_2S$	252	Temp. wrz. 124°C/0,011 mm Hg $n_D^{25} : 1,5306$	71,2	Obliczono: C H N S 57,14 6,35 11,11 12,70 Znalezione: 56,94 6,24 11,17 12,85
37 (2)	$-CH_2-CH=CH_2$	$-CH_2-CH=CH_2$	H	izo-Pr	H	$C_{14}H_{20}N_2O_2S$	280	Temp. wrz. 132°C/0,04 mm Hg $n_D^{25} : 1,5210$	54,7 .	Obliczono: C H N S 60,00 7,14 10,00 11,43 Znalezione: 59,85 7,09 10,09 11,56
38 (2)	$-CH_2-CH=CH_2$	$-CH_2-CH=CH_2$	Me	Me	H	$C_{13}H_{18}N_2O_2S$	266	Temp. wrz. 123–125°C 0,035 mm Hg $n_D^{25} : 1,5273$	46,7	Obliczono: C H N S 58,65 6,77 10,53 12,03 Znalezione: 58,73 6,39 10,60 12,17
39 (2)	$-CH_2-CH=CH_2$	$-CH_2-CH=CH_2$	H	Et	Cl	$C_{13}H_{17}ClN_2O_2S$	300,5	$n_D^{25} : 1,5320$	88,8	Obliczono: C H N S 51,91 5,66 9,32 10,65 Znalezione: 52,32 5,79 9,43 10,80
40 (2)	$-CH_2-CH=CH_2$	$-CH_2-CH=CH_2$	Me	Me	Cl	$C_{13}H_{17}ClN_2O_2S$	300,5	Temp. wrz. 123–127°C/0,025 mm Hg $n_D^{25} : 1,5295$	47,2	Obliczono: C H N S 51,91 5,66 9,32 10,65 Znalezione: 51,90 5,68 9,37 10,68
41 (2)	H	Wzór 13	H	Me	H	$C_{12}H_{12}N_2O_2S$	248	Temp. top. 95°C	38,3	Obliczono: C H N S 58,06 4,84 11,29 12,90 Znalezione: 58,14 4,89 11,23 12,84

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
		Pierścień heterocykliczny zbudowany z N, R ₁ i R ₂								
42 (2)		Wzór 15	H	Me	H	C ₁₁ H ₁₆ N ₂ O ₂ S	240	Temp. top. 92,3°C	92,3	Obliczono: C H N S 55,00 6,67 11,67 13,33
43 (2)		Wzór 16	H	Me	H	C ₁₂ H ₁₈ N ₂ O ₂ S	254	Temp. wrz. 160°C/0,05 mm Hg n _D ²⁵ : 1,5420	67,1	Obliczono: C H N S 56,69 7,09 11,02 12,60 Znaleziono: 56,64 7,06 11,06 12,65
44 (2)		Wzór 16	H	Et	H	C ₁₃ H ₂₀ N ₂ O ₂ S	268	Temp. wrz. 140°C/0,016 mm Hg n _D ²⁵ : 1,5368	62,8	Obliczono: C H N S 58,21 7,46 10,45 11,94 Znaleziono: 58,18 7,47 10,39 11,94
45 (2)		Wzór 17	H	Me	H	C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	242	Temp. wrz. 150°C/0,01 mm Hg Temp. top. 61,5°C	30,7	Obliczono: C H N S 49,59 5,78 11,57 13,22 Znaleziono: 49,59 5,61 11,60 13,19
46 (3)	Et	Et	H	H	H	C ₉ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	214	n _D ²⁵ : 1,5190	91	Obliczono: C H N 50,47 6,54 13,08 Znaleziono: 49,89 6,63 12,75
47 (3)	Pr	Pr	H	H	H	C ₁₁ H ₁₈ N ₂ O ₂ S	242	n _D ²⁵ : 1,5147	83,4	Obliczono: C H N S 54,54 7,44 11,57 13,22 Znaleziono: 54,39 7,39 11,43 13,39
48 (3)	Bu	Bu	H	H	H	C ₁₃ H ₂₂ N ₂ O ₂ S	270	n _D ²⁵ : 1,5048	99	Obliczono: C H N 57,78 8,15 10,37 Znaleziono: 57,58 8,07 10,23

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
49 (3)	izo-Bu	izo-Bu	H	H	H	$C_{13}H_{22}N_2O_2S$	270	$n_{25}^D : 1,5030$	96,3	Obliczono: C H N 57,78 8,15 10,37 Znalezione: 56,56 8,18 10,22
50 (3)	Et	Bu	H	H	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	$n_{25}^D : 1,5117$	97,9	Obliczono: C H N 54,54 7,44 11,57 Znalezione: 53,48 7,45 11,41
51 (3)	izo-Pr	izo-Pr	H	H	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	$n_{25}^D : 1,5130$	84,5	Obliczono: C H N 54,34 7,44 11,57 Znalezione: 53,83 8,08 11,54
52 (3)	Et	Et	Me	H	H	$C_{10}H_{16}N_2O_2S$	228	$n_{25}^D : 1,5120$	33,9	Obliczono: C H N 52,63 7,02 12,28 Znalezione: 51,42 7,02 11,91
53 (3)	Pr	Pr	Me	H	H	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	$n_{25}^D : 1,5183$	30	Obliczono: C H N 56,25 7,81 10,94 Znalezione: 55,34 7,84 10,96
54 (3)	izo-Bu	izo-Bu	Me	H	H	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	Temp. wrz. 100–109°C/mm Hg $n_{25}^D : 1,5075$	37,3	Obliczono: C H N 59,15 8,45 9,86 Znalezione: 57,45 8,13 9,72
55 (3)	Et	Et	H	H	Me	$C_{10}H_{16}N_2O_2S$	228	$n_{25}^D : 1,5165$	96,8	Obliczono: C H N 52,63 7,02 12,28 Znalezione: 52,12 7,25 12,05

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
56 (3)	Pr	Pr	H	H	Me	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	$n_{25}^D : 1,5105$	98	Obliczono: C H N 56,25 7,81 10,94 Znalezione: 56,36 7,98 10,78
(57 (3)	Bu	Bu	H	H	Me	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	$n_{25}^D : 1,5041$	98,5	Obliczono: C H N 59,15 8,45 9,86 Znalezione: 58,00 8,40 9,70
58 (3)	Et	Bu	H	H	Me	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	$n_{25}^D : 1,5103$	98	Obliczono: C H N 56,25 7,81 10,94 Znalezione: 55,64 7,82 10,94
59 (3)	izo-Pr	izo-Pr	H	H	Me	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256		75,8	Obliczono: C H N 56,25 7,81 10,94 Znalezione: 54,80 7,76 10,92
60 (3)	izo-Bu	izo-Bu	H	H	Me	$C_{14}H_{24}N_2O_2S$	284	$n_{25}^D : 1,5017$	74	Obliczono: C H N 59,15 8,45 9,86 Znalezione: 58,02 8,30 9,70
61 (3)	izo-Pr	izo-Bu	H	H	H	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	$n_D^{20} = 1,510$	87	Obliczono: C H N S 56,22 7,86 10,93 12,51 Znalezione: 56,14 7,77 11,12 12,45
62 (3)	Pr	sec. Bu	H	H	H	$C_{12}H_{20}N_2O_2S$	256	$n_D^{20} = 1,510$	85	Obliczono: C H N S 56,22 7,86 10,93 12,51 Znalezione: 56,29 7,74 11,03 12,75

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
63 (3)	Et	izo-Pr	H	H	H	$C_{10}H_{16}N_2O_2S$	228	$n_D^{20} = 1,516$	44	Obliczono: C H N S 52,61 7,06 12,27 14,04 Znaleziono: 52,32 7,01 12,10 14,22
64 (3)	Et	Wzór 18	H	H	H	$C_{13}H_{20}N_2O_2S$	268	$n_D^{20} = 1,534$	90	Obliczono: C H N S 58,18 7,51 10,44 11,95 Znaleziono: 58,20 7,50 10,29 11,97
65 (3)	Me	Wzór 19	H	H	H	$C_9H_{14}N_2O_2S$	230	$n_D^{20} = 1,521$	68	Obliczono: C H N S 46,94 6,13 12,16 13,92 Znaleziono: 46,55 6,09 12,09 14,17
66 (3)	Et	izo-Bu	H	H	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	$n_D^{20} = 1,510$	87	Obliczono: C H N S 54,52 7,49 11,56 13,23 Znaleziono: 54,61 7,52 11,47 13,13
67 (3)	Me	izo-Bu	H	H	H	$C_{10}H_{16}N_2O_2S$	228	$n_D^{20} = 1,515$	74	Obliczono: C H N S 52,61 7,06 12,27 14,04 Znaleziono: 52,61 6,99 11,98 14,05
68 (3)	izo-Pr	izo-Pr	H	H	H	$C_{11}H_{18}N_2O_2S$	242	$n_D^{20} = 1,513$	84,5	Obliczono: C H N 54,54 7,44 11,57 Znaleziono: 53,83 8,08 11,54
69 (4)	Pr	Pr	H	Me	H	$C_{13}H_{22}N_2O_2S$	270	$n_D^{25} = 1,5094$	87	Obliczono: C H N S 57,78 8,15 10,37 11,85 Znaleziono: 57,96 7,96 10,48 11,98

Tablica 1 cd.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
70 (2)	izo-Pr	izo-Bu	H	Me	H	$C_{13}H_{22}N_2O_2S$	270	$n_D^{20} = 1,509$	83,5	Obliczono: C H N S 57,75 8,20 10,36 11,86 Znaleziono: 57,68 8,18 10,42 11,69

Tablica 2

Nr związ-	Daw- ka kg/ha	Chwasty trawiaiste						Chwasty dwulścienne				Rośliny uprawne trawiaiste			Rośliny uprawne dwulścienne					
		FA	DI	PA	RA	SE	VU	CH	MO	MU	ST	BL	MA	RI	AR	CZ	CT	HA	SO	TO
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
2	4	60	—	90	85	—	95	0	—	0	—	15	0	70	—	0	0	0	—	0
3	2	60	80	100	98	30	90	15	—	0	0	10	0	80	0	10	0	0	0	0
	4	80	98	100	100	80	100	80	—	10	50	80	0	95	0	25	0	0	0	0
	8	95	100	100	100	100	100	85	—	20	80	100	0	100	0	30	0	0	0	20
5	4	80	100	100	100	80	100	80	20	0	0	70	0	70	20	0	0	0	0	0
6	4	50	80	100	90	25	95	50	30	0	60	30	0	0	0	0	0	0	5	0
7	4	0	100	100	60	60	50	80	60	15	0	0	0	20	0	0	0	0	0	0
8	4	20	100	100	90	20	90	60	90	0	0	60	0	60	0	0	0	0	0	0
9	4	40	100	100	100	90	85	90	95	0	0	25	0	10	0	5	0	0	0	0
10	1	70	0	100	100	50	98	10	—	0	0	80	0	80	0	0	0	0	0	0
	2	80	50	100	100	85	100	15	—	0	0	95	0	100	0	0	0	0	0	0
	4	100	98	100	100	98	100	50	—	0	10	98	0	100	0	0	0	0	10	0
	8	100	100	100	100	100	100	85	—	0	60	98	5	100	0	10	0	30	25	10
11	4	70	100	100	90	60	90	25	100	0	100	10	0	0	0	0	0	0	0	0
13	4	60	100	100	98	98	85	60	—	80	70	0	0	80	—	0	0	0	—	0

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
14	1	40	90	100	100	80	100	0	50	0	0	50	0	95	0	0	0	0	0	0
	2	60	100	100	100	100	100	80	80	0	0	90	0	100	0	0	0	0	0	0
	4	95	100	100	100	100	100	100	98	0	60	100	0	100	10	0	0	0	0	0
	8	100	100	100	100	100	100	100	100	0	100	100	0	100	20	0	0	30	0	10
15	4	20	100	100	98	100	98	80	15	0	25	0	0	80	—	—	0	0	0	0
16	2	60	100	100	98	90	98	60	60	0	20	30	0	98	0	0	0	0	0	0
	4	70	100	100	100	95	100	100	100	0	60	40	0	100	0	0	0	0	0	0
	8	85	100	100	100	100	100	100	100	0	95	60	0	100	30	0	0	0	0	0
	4	65	100	90	90	95	50	0	0	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	—
17	4	50	100	100	98	98	90	60	5	5	0	60	0	—	—	0	—	—	—	—
19	2	40	100	100	100	100	98	80	90	0	10	40	0	100	0	0	0	0	0	0
	4	80	100	100	100	100	100	90	100	0	40	80	0	100	0	0	0	30	0	0
	8	100	100	100	100	100	100	100	100	0	80	100	0	100	60	0	10	60	25	0
	4	10	100	98	95	95	90	20	0	0	0	0	0	15	—	0	0	0	0	0
20	4	0	100	10	60	60	70	0	0	0	0	0	0	0	—	0	0	0	0	0
22	4	85	—	85	95	—	85	90	—	5	50	0	0	10	—	0	0	0	—	0
26	4	60	100	98	85	80	90	10	5	0	0	20	0	—	—	0	—	—	—	—
29	4	10	—	98	85	—	95	0	—	10	0	0	0	0	—	0	0	0	—	0
30	4	90	95	100	95	95	90	5	0	0	0	30	0	—	—	0	—	—	—	—
31	4	40	100	100	60	95	80	5	5	0	0	25	0	—	—	0	—	—	—	—
32	4	10	25	10	80	85	90	0	0	0	0	0	0	50	—	0	0	0	0	0
33	4	80	95	90	98	95	95	30	0	0	15	30	0	—	—	0	—	—	—	—
34	4	90	100	85	90	95	85	25	5	0	0	25	0	—	—	0	—	—	—	—
35	4	15	—	60	60	—	80	0	—	0	—	0	0	25	—	0	0	0	—	0
36	4	30	100	95	70	50	50	5	0	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	—
37	4	15	80	60	20	30	70	0	0	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	—
38	4	5	95	70	50	15	70	0	0	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	—
39	4	80	98	25	15	5	40	0	0	0	0	0	0	—	—	0	—	—	—	—
40	4	80	98	25	15	5	40	0	0	0	0	0	0	—	—	0	—	—	—	—

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
43	4	0	—	80	80	—	70	30	—	0	0	10	0	0	—	0	0	0	—	0
44	4	0	—	80	85	—	85	30	—	0	0	10	0	15	—	0	0	0	—	5
46	4	80	100	100	100	50	100	50	80	0	0	10	0	15	0	10	0	0	10	0
47	2	100	100	100	100	20	100	—	100	0	80	10	0	25	0	10	0	0	0	0
	4	100	100	100	100	40	100	—	100	0	85	20	0	60	0	25	0	0	40	0
	8	100	100	100	100	100	100	—	100	30	95	30	0	90	0	0	10	0	60	100
48	2	80	98	98	80	0	25	—	90	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	4	90	100	100	95	25	70	—	100	0	0	0	0	0	0	10	0	0	0	0
	8	100	100	100	100	50	90	—	100	15	90	0	0	10	0	20	0	0	0	0
49	4	95	100	95	50	50	100	30	80	10	100	5	0	0	0	0	0	0	0	0
50	2	90	100	100	100	85	90	0	80	0	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0
	4	100	100	100	100	90	100	50	90	25	30	10	0	60	0	10	0	0	0	0
	8	100	100	100	100	100	100	70	100	80	70	15	0	95	0	40	0	0	0	10
51	4	100	95	100	100	15	100	0	95	0	0	90	0	15	0	0	15	0	0	0
52	4	95	100	98	100	30	100	0	0	0	0	15	0	40	0	0	10	0	0	0
53	4	100	100	100	95	20	100	80	100	0	100	30	0	0	0	10	0	0	0	0
54	4	90	90	70	85	5	90	0	30	0	10	0	0	0	30	0	0	0	5	0
55	4	60	100	100	100	80	100	60	0	10	50	80	10	80	0	0	0	0	0	0
56	2	15	100	100	95	80	90	—	100	0	80	15	0	0	0	10	0	0	0	0
	4	30	100	100	100	95	100	—	100	20	95	20	0	20	0	15	0	0	0	0
	8	98	100	100	100	98	100	—	100	60	100	40	0	50	10	50	0	0	20	0
57	4	25	100	90	80	10	60	20	90	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0
58	2	10	80	98	90	80	60	—	100	0	80	10	0	0	0	15	0	0	0	0
	4	30	100	100	100	90	90	—	100	0	90	25	0	5	0	30	0	0	0	0
	8	80	100	100	100	100	100	—	100	50	100	60	0	15	25	50	0	50	50	30
59	4	60	100	100	100	80	100	80	90	0	60	80	0	80	0	0	0	0	0	0
60	2	10	90	90	60	80	85	0	100	0	90	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	4	40	100	100	90	85	90	0	100	0	100	0	0	0	0	5	0	0	0	0
	8	85	100	100	98	100	100	50	100	0	100	15	0	0	0	15	0	0	0	0
61	1	100	100	100	100	85	100	30	0	0	0	30	0	100	0	0	0	0	0	0
	4	100	100	100	100	100	100	80	30	0	60	80	0	100	0	0	0	0	0	0

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
62	1	85	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
63	4	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
64	4	90	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
66	4	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
67	4	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
68	4	100	95	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
69	4	90	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
70	4	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Włośnica (*Setaria faberii*) SE
Wyczyniec (*Alopecurus myosuroides*) VU

Chwasty dwuliścienne:

Komosa biała (*Chenopodium album*) CH
5 Psianka (*Solanum nigrum*) MO
Gorczyca polna (*Synapis arvensis*) MU
Gwiazdnica (*Stellaria media*) ST

Zaobserwowane wyniki zamieszczone w tablicy 2 wyrażono w procentach uszkodzenia roślin traktowanych badanymi związkami w stosunku do grupy kontrolnej roślin nietraktowanych. Liczba 100 oznacza, że dana roślina uległa całkowitemu zniszczeniu.

Powyższe wyniki dowodzą, że związki według wynalazku wykazują silne działanie chwastobójcze oraz selektywność względem roślin uprawnych, przy zastosowaniu ich przed zbiorem lub przed siewem tych ostatnich. Ogólnie biorąc wszystkie te związki odznaczają się silnym działaniem w stosunku do chwastów trawiastych. Niektóre z nich działają również na niektóre chwasty dwuliścienne.

Szczególnie interesujące wyniki uzyskano przy zastosowaniu następujących związków:

25 Związek nr 10: N,N-dwuzopropyltiołokarbaminian (3-metylo-izoksazol-5-ilo)-metylu.

Związek nr 14: N,N-dwuzopropyltiołokarbaminian (3-etylo-izoksazol-5-ilo)-metylu.

Związek nr 47: N,N-dwu-n-propyltiołokarbaminian (izoksazol-3-ilo)-metylu.

30 Związek nr 3: N,N-dwu-n-propyltiołokarbaminian (3-metylo-izoksazol-5-ilo)-metylu.

Związek nr 16: N,N-dwuzopropyltiołokarbaminian (3-n-propyltiołokarbaminian (3-izoksazol-5-ilo)-metylu.

35 Związek nr 19: N,N-dwuzopropyltiołokarbaminian (3-izoksazol-5-ilo)-metylu.

Związek nr 50: N-etylo-N-butyliołokarbaminian (izoksazol-5-ilo)-metylu.

Związek nr 55: N,N-dwu-n-propyltiołokarbaminian (5-metylo-izoksazol-3-ilo)-metylu.

40 Związek nr 60: N,N-dwuzobutyliołokarbaminian (5-metylo-izoksazol-3-ilo)-metylu.

Związek nr 61: N-izopropyltiołokarbaminian (izoksazol-3-ilo)-metylu.

45 Związek nr 62: N-propyltiołokarbaminian (izoksazol-3-ilo)-metylu.

Związek nr 63: N-etylo-N-izopropyltiołokarbaminian (izoksazol-3-ilo)-metylu.

50 Związek nr 70: N-izopropyltiołokarbaminian (3-metylo-izoksazol-5-ilo)-metylu.

Tak na przykład, począwszy od dawki 2 kg/ha, związek nr. 14 niszczy w 100% palusznik, chwastnicę, żywicę, włośnicę i wyczyniec, natomiast owies głuchy jest nań trochę mniej wrażliwy. W tej samej dawce niszczy on ponadto niektóre chwasty dwuliścienne, jak komosę i psiankę. W dawce 4 kg/ha związek ten jest dobrze znoszony przez uprawy kukurydzy, rzepaku, bawełny i słonecznika.

60 Do zabiegów chwastobójczych przy użyciu związków według wynalazku dawka substancji czynnej może zmieniać się od 0,5 do 10 kg/ha w zależności od stosowanego związku, rodzaju uprawy i charakteru gleby. Zalecana dawka wynosi od 1 do 4 kg/ha.

W praktyce rzadko stosuje się same tylko związki według wynalazku. Najczęściej stanowią one jeden ze składników preparatów, które na ogół oprócz substancji czynnej według wynalazku zawierają nośnik i/lub środek powierzchniowo-czynny.

Określenie „nośnik” w zrozumieniu niniejszego opisu patentowego oznacza materiał organiczny lub mineralny, naturalny lub syntetyczny, z którym miesza się substancję czynną w celu ułatwienia jej nanoszenia na rośliny, ziarno lub glebę, lub jej transportu lub posługiwania się nią. Jako nośnik mogą służyć substancje stałe, jak glinki, krzemiany naturalne i syntetyczne, żywice, woski, tłuszcze stałe lub ciekłe, jak woda, alkohole, ketony, frakcje ropy naftowej, chlorowane węglowodory, gazy skroplone.

Jako środki powierzchniowo-czynne można stosować środki emulgujące, dyspergujące lub zwilżające, z których każdy może mieć charakter jonowy lub niejonowy. Dla przykładu można wymienić sole kwasów poliakrylowych i ligninosulfonowych, produkty kondensacji tlenku etylenu z tłuszczowymi alkoholami, kwasami lub aminami.

Kompozycje według wynalazku można wytwarzać w postaci proszków zwilżalnych, proszków do opylania, granulek, roztworów, emulgujących się koncentratów, emulsji, koncentratów w zawiesinie i aerozoli.

Proszki zwilżalne wytwarza się zazwyczaj tak, by zawierały od 25 do 95% wagowych substancji czynnej przy czym zawierają one zwykle ponadto stały nośnik, od 0 do 5% wagowych środka zwilżającego, od 3 do 10% wagowych środków stabilizujących i/lub innych dodatków, takich jak środki ułatwiające penetrację, kleje lub środki przeciwwzbrałające, barwniki itd. Przykładowo, proszek zwilżalny zawiera:

Substancji czynnej (związek nr 47)	50%
Lignosiarczanu wapniowego (deflokulant)	5%
Środka zwilżającego, anionowego	1%
Krzemionki (środek przeciwbrylający)	5%
Kaoliny (obciążalnik)	39%

Proszki rozpuszczalne w wodzie wytwarza się przez zmieszanie od 20 do 95% wagowych substancji czynnej, od 0 do 10% obciążalnika zapobiegającego zbrylaniu i od 0 do 1% środka zwilżającego, zaś resztę stanowi rozpuszczalny w wodzie obciążalnik, w szczególności sól.

Przykładowo proszek rozpuszczalny w wodzie zawiera:

Substancji czynnej (związek nr 50)	70%
Środka zwilżającego, anionowego	0,5%
Krzemionki (środek zapobiegający zbrylaniu)	5%
Siarczanu sodowego (obciążalnik rozpuszczalny)	24,5%

Granulki przeznaczone do wysiewania na glebę wytwarza się zazwyczaj tak, by ich wymiary wynosiły od 0,1 do 2 mm, przy czym można je produkować metodą aglomeracji lub impregnacji. Na

ogół granulki zawierają od 0,5 do 25% substancji czynnej i od 0 do 10% wagowych dodatków takich jak stabilizatory, środki regulujące szybkość wydzielania się, zmiękczacze i rozpuszczalniki.

Emulgujące się koncentraty do opryskiwania zawierają zwykle prócz rozpuszczalnika, a w razie potrzeby i współrozpuszczalnika, od 10 do 50% wagowych na objętość substancji czynnej, od 2 do 20% wagowych na objętość odpowiednich dodatków, jak stabilizatory, środki ułatwiające penetrację, inhibitory korozji i barwne spoiwa.

Przykładowo koncentrat emulgujący się zawiera:

Substancji czynnej (związek nr 60)	400 g/l
Dodecylobenzenosulfonianu metalu alkalicznego	24 g/l
Nonylofenolu oksyetylenowanego do zawartości 10 cząsteczek tlenku etylenu	16 g/l
Cykloheksanonu	200 g/l
Rozpuszczalnika aromatycznego ile trzeba do	1 litra.

Koncentraty w zawiesinie, stosowane również do opryskiwania, wytwarza się tak, by stanowiły produkt ciekły nie ulegający osadzaniu, zawierający zazwyczaj od 10 do 75% wagowych substancji czynnej, od 0,5 do 15% wagowych środków powierzchniowo-czynnych, od 0,1 do 10% wagowych środków tiksotropujących, od 0 do 10% wagowych odpowiednich dodatków, jak środki przeciwpieniące, inhibitory korozji, stabilizatory, środki ułatwiające penetrację oraz kleje, a jako nośnik wodę lub ciecz organiczną, w której substancja czynna jest wyraźnie nieerozpuszczalna, przy czym w cieczy nośnej mogą być rozpuszczone niektóre substancje stałe organiczne lub sole mineralne zapobiegające sedymentacji substancji nierozpuszczalnych i zamarzaniu wody.

Przedmiotem niniejszego wynalazku są również dyspersje i emulsje wodne, na przykład kompozycje otrzymywane przez rozcieńczenie wodą proszku zwilżalnego lub emulgującego się koncentratu według wynalazku. Emulsje mogą być typu „woda w oleju” lub „olej w wodzie” i mogą mieć konsystencję zawieszistą w rodzaju „majonezu”.

Kompozycje według wynalazku mogą również zawierać i inne składniki, jak na przykład koloidy ochronne, kleje lub zagęszczacze, środki tiksotropujące, stabilizatory i utrwalacze jak też inne znane substancje czynne o działaniu pestycydowym, w szczególności owadobójczym i grzybobójczym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek chwastobójczy, **znamienny tym**, że zawiera tiolokarbaminiany izoksazoliloalkilowe o ogólnym wzorze 3, 4, w którym R_1 i R_2 takie same lub różne, oznaczają, każde z osobna, atom wodoru lub rodnik alkilowy, liniowy lub rozgałęziony, zawierający od 1 do 6 atomów węgla, rodnik cykloalkilowy zawierający od 3 do 6 atomów węgla, rodnik alkenylowy zawierający od 2 do 4 atomów węgla, rodnik alkoksylowy zawie-

rający od 1 do 6 atomów węgla, rodnik alkoksy-alkilowy, którego każdy człon alkilowy zawiera od 1 do 4 atomów węgla, rodnik arylowy, ewentualnie podstawiony, rodnik aryloalkilowy, ewentualnie podstawiony, którego człon alkilowy zawiera od 1 do 4 atomów węgla, rodnik heterocykliczny, nasycony lub nienasycony, składający się z 5 do 6 członów i zawierający jako heteroatom atom tlenu, azotu lub siarki, lub tworzą wraz z atomem azotu, z którym są połączone pierścień heterocykliczny, nasycony lub nienasycony, ewentualnie podstawiony, składający się z 5 do 6 członów i mogący zawierać jako heteroatom prócz atomu azotu atom tlenu, R_3 oznacza atom wodoru lub rodnik alkilowy zawierający od 1 do 4 atomów, Y i Y', takie same lub różne, oznaczają każde z osobna, atom wodoru lub różny, oznaczają każde z osobna, atom wodoru lub chlorowca, rodnik alkilowy zawierający od 1 do 6 atomów węgla, rodnik trójfluorometylowy lub rodnik arylowy, ewentualnie podstawiony.

2. Środek chwastobójczy według zastrz. 1, zna-

mienny tym, że zawiera jeden lub więcej z następujących związków:

N,N-dwu-n-propylo-tiolokarbaminian(izoksazol-3-ilo)-metylu,

N-etylo-N-butylo-tiolokarbaminian(izoksazol-3-ilo)-metylu,

N-N-dwu-n-propylo-tiolokarbaminian(5-metylo-izoksazol-3-ilo)-metylu,

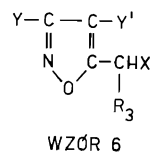
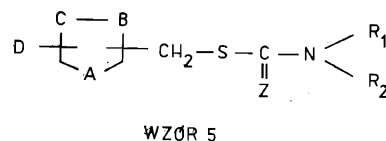
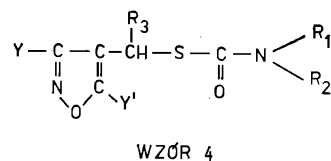
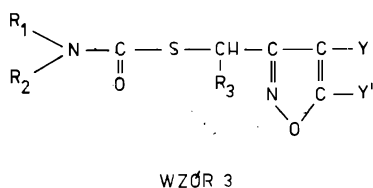
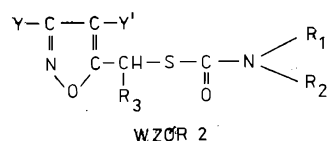
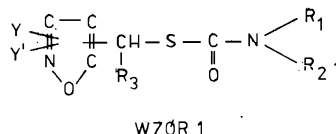
N-izopropylo-N-izobutylo-tiolokarbaminian(izoksazol-3-ilo)-metylu,

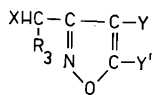
N-propylo-N-II rząd. -butylo-tiolokarbaminian(izoksazol-3-ilo)-metylu,

N-etylo-N-izopropylo-tiolokarbaminian(izoksazol-3-ilo)-metylu,

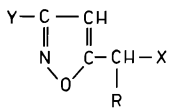
N-izopropylo-N-izobutylo-tiolokarbaminian(3-metylo-izoksazol-5-ilo)-metylu.

3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera od 0,5 do 95% wagowych substancji czynnej w postaci związku o wzorze 3, 4 oraz co najmniej jeden nośnik i/lub środek powierzchniowo czynny tolerowany przez rośliny uprawne.





WZOR 7



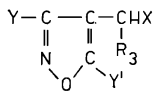
WZOR 10



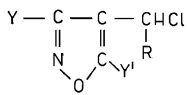
WZOR 13



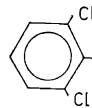
WZOR 16



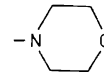
WZÓR 8



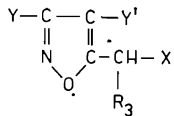
WZOR 11



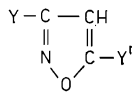
WZÓR 14



WZOR 17



WZOR 9



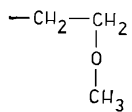
WZÓR 12



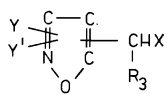
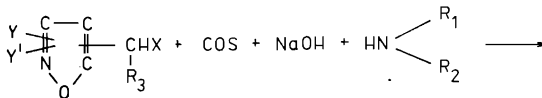
WZOR 15



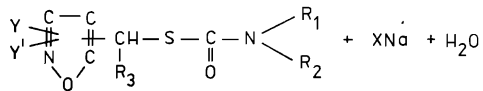
WZOR 18



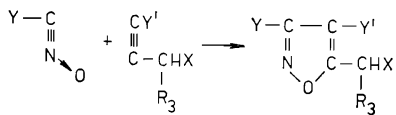
WZOR 19



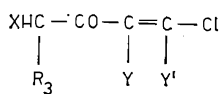
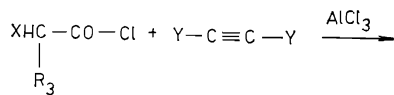
WZØR 20



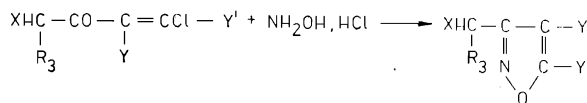
SCHEMAT 1



SCHEMAT 2



SCHEMAT 3



SCHEMAT 4