



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

235984

(11) (B3)

(51) Int. Cl.³

A 01 N 47/36

(22) Přihlášeno 06 10 83
(21) (PV 7297-83)
(32) (31)(33) Právo přednosti od 06 10 82
(5874/82) Švýcarsko

(40) Zveřejněno 31 08 84

(45) Vydáno 15 12 86

(72) Autor vynálezu SZCZEPANSKI HENRY dr., WALLBACH (Švýcarsko)

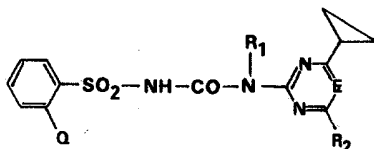
(73) Majitel patentu CIBA-GEIGY AG, BASILEJ (Švýcarsko)

(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinné složky

1

Předložený vynález se týká herbicidního prostředku, který obsahuje jako účinnou složku nové herbicidně účinné N-fenylsulfonyl-N'-triazinylmočoviny nebo N-fenylsulfonyl-N'-pyrimidinylmočoviny. Dále se vynález týká způsobu výroby těchto nových herbicidně účinných sloučenin jakož i jejich použití k hubení plevelů především k selektivnímu hubení plevelů v kulturách užitkových rostlin.

Nové N-fenylsulfonyl-N'-triazinylmočoviny nebo N-fenylsulfonyl-N'-pyrimidinylmočoviny odpovídají obecnému vzorci I



(I),

v němž

- E znamená atom dusíku nebo methinovou skupinu -CH=,
Q znamená atom vodíku, atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylthioskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkylthioskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, halogenalkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, halogenalkenyloxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkoxyalkoxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkinyl-oxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkinylthioskupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkinylsulfinylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu

235984

- s 1 až 4 atomy uhlíku v alkoxylové části, karbamoylovou skupinu nebo nitroskupinu,
 R_1 znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu,
 R_2 znamená halogen, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylthioskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, aminoskupinu, alkyl-aminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylových zbytcích, cyklopropylovou skupinu nebo alkoxyalkylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku,

a zahrnují rovněž soli sloučenin obecného vzorce I.

Bylo zjištěno, že nové sloučeniny obecného vzorce I a jejich soli mají herbicidní účinky, jakož i schopnost regulovat růst rostlin.

Předmětem předloženého vynálezu je tudíž herbicidní prostředek, který spočívá v tom, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu N-fenylsulfonyl-N'-triazinylmočovinu nebo N-fenylsulfonyl-N'-pyrimidinylmočovinu shora uvedeného a definovaného obecného vzorce I.

Deriváty močoviny, deriváty triazinu a deriváty pyrimidinu s herbicidním účinkem jsou obecně známy. Stručně se arylsulfamoylheterocyklylaminokarbamoylderiváty s herbicidním účinkem a se schopností regulovat růst rostlin popisují například v publikacích evropského patentu č. 9 419 a 10 560.

Ve shora uvedených definicích se alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku rozumí alkylová skupina s 1 až 4 atomy uhlíku s řetězcem přímým nebo rozvětveným, jako například methylová skupina, ethylová skupina, n-propylová skupina, isopropylová skupina, jakož i čtyři isomerní butylové skupiny.

Alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku se rozumí methoxy skupina, ethoxy skupina, n-propoxy skupina, isopropyloxy skupina a čtyři isomerní butyloxy skupiny, zejména však methoxy skupina, ethoxy skupina nebo isopropoxy skupina.

Jako příklady alkylthioskupiny s 1 až 4 atomy uhlíku lze uvést methylthioskupinu, ethylthioskupinu, n-propylthioskupinu, isopropylthioskupinu a n-butylthioskupinu, zejména však methylthioskupinu a ethylthioskupinu.

Jako příklady alkenylových skupin se 2 až 4 atomy uhlíku lze uvést vinylovou skupinu, allylovou skupinu, isoprenylovou skupinu, 1-propenylovou skupinu, 1-butenylovou skupinu, 2-butenylovou skupinu, 3-butenylovou skupinu, 1-isobutenylovou skupinu, 2-isobutenylovou skupinu, zvláště pak vinylovou skupinu a allylovou skupinu.

Jako příklady alkylsulfinylových skupin lze uvést methylsulfinylovou skupinu, ethylsulfinylovou skupinu, n-propylsulfinylovou skupinu a n-butylsulfinylovou skupinu, zejména však methylsulfinylovou skupinu a ethylsulfinylovou skupinu.

Halogenem samotným nebo halogenem ve skupinách, jako v halogenalkylové skupině, halogenalkoxy skupině, halogenalkenylové skupině a halogenalkylthioskupině se rozumí fluor, chlor a brom, výhodně však fluor a chlor.

Odpovídajícím způsobem se halogenalkylovou skupinou popřípadě halogenalkylovou částí shora definovaných substituentů rozumí například:

chlormethylová skupina, fluormethylová skupina, difluormethylová skupina, trifluormethylová skupina, 2-chlorethylová skupina, 2,2,2-trifluorethylová skupina, 1,1,2,2-tetrafluorethylová skupina, pentafluorethylová skupina, 1,1,2-trifluor-2-chlorethylová skupina,

2,2,2-trifluor-1,1-dichlorethylová skupina, pentachlorethylová skupina, 3,3,3-trifluorpropylová skupina, 2,3-dichlorpropylová skupina, 1,1,2,3,3,3-hexafluorpropylová skupina, zejména však chlormethylová skupina, difluormethylová skupina, trifluormethylová skupina a trichlormethylová skupina.

Alkinylová skupina ve shora uvedených skupinách je představována zpravidla propargylovou skupinou, 2-butylylovou skupinou a 3-butylylovou skupinou.

Vynález zahrnuje rovněž soli, které mohou sloučeniny vzorce I tvořit s aminy, s bázei alkalických kovů nebo s bázei kovů alkalických zemin nebo s kvarterními amoniiovými bázei.

Hydroxidy alkalických kovů a kovů alkalických zemin jako solitvornými látkami jsou hydroxidy lithia, sodíku, draslíku, hořčíku, vápníku, zejména však sodíku nebo draslíku.

Jako příklady aminů vhodných pro tvorbu solí jsou primární, sekundární a terciární alifatické a aromatické aminy, jako methylamin, ethylamin, propylamin, isopropylamin, čtyři isomerní butylaminy, dimethylamin, diethylamin, diethanolamin, dipropylamin, diisopropylamin, di-n-butylamin, pyrrolidin, piperidin, morfolin, trimethylamin, triethylamin, tripropylamin, chinuklidin, pyridin, chinolin a isochinolin, zejména však ethylamin, propylamin, diethylamin nebo triethylamin, především však isopropylamin a diethanolamin.

Jako příklady kvarterních amoniiových bází lze uvést obecně kationty halogenamoniiových solí, jako například tetramethylamoniiový kation, trimethylbenzylamoniiový kation, triethylbenzylamoniiový kation, tetraethylamoniiový kation, trimethylethylamoniiový kation, avšak také amoniiový kation.

Ze sloučenin obecného vzorce I jsou výhodné ty sloučeniny obecného vzorce I, v němž

E, Q a R₁ mají shora definovaný význam, a
R₂ znamená halogen, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, aminoskupinu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylových zbytcích nebo cyklopropylovou skupinu,

a zvláště pak následující sloučeniny:

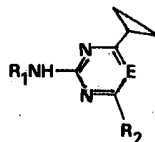
N-(4-cyklopropyl-6-methylpyrimidin-2-yl)-N'-(2-methoxykarbonylbenzensulfonyl)močovina,

N-(4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-(2-methoxykarbonylbenzensulfonyl)močovina,

N-(4-cyklopropyl-6-ethoxy-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-(2-difluormethoxybenzensulfonyl)močovina,

N-(4-cyklopropyl-6-ethoxy-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-(2-methoxykarbonylbenzensulfonyl)močovina.

Podle vynálezu se N-fenylsulfonyl-N'-triazinylmočoviny či N-fenylsulfonyl-N'-pyrimidinylmočoviny obecného vzorce I připravují tím, že se na amin obecného vzorce V



(V),

v němž

R_1 , R_2 a E mají význam uvedené pod vzorcem I,

působí v inertním organickém rozpouštědle a popřípadě v přítomnosti báze fenylsulfonyl-isokyanátem obecného vzorce VIa



v němž

Q má význam uvedený pod vzorem I.

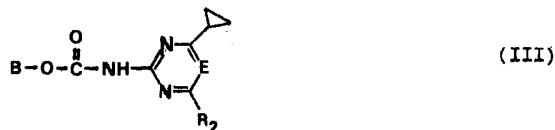
Kromě postupem podle vynálezu je možno připravovat sloučeniny obecného vzorce I také tím, že se na sulfonamid obecného vzorce II



v němž

Q má význam uvedený pod vzorcem I,

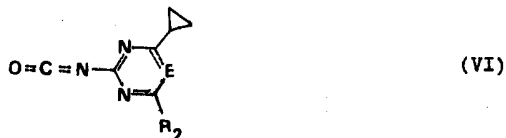
působí v přítomnosti báze a v inertním organickém rozpouštědle N-pyrimidinyl- nebo N-triazinylkarbamátem obecného vzorce III



v němž

R_2 a E mají významy uvedené pod vzorcem I a
B-O- znamená odštěpitelnou skupinu, fenylalkoxyskupinu nebo alkoxyskupinu.

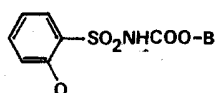
Podle dalšího způsobu se sloučeniny obecného vzorce I vyrábějí tím, že se nechá reagovat sulfonamid shora uvedeného obecného vzorce II popřípadě v přítomnosti báze a v přítomnosti inertního organického rozpouštědla s isokyanátem nebo s isothiokyanátem obecného vzorce VI



v němž

R_2 a E mají významy uvedené pod vzorcem I.

Dále se mohou sloučeniny obecného vzorce I získat také tím, že se nechá reagovat N-fenylsulfonylkarbamátu obecného vzorce VII



(VII),

v němž

Q a B mají shora uvedený význam,

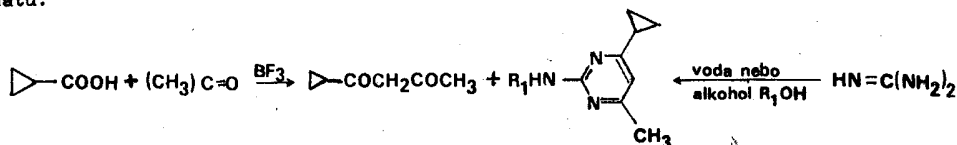
v přítomnosti inertního organického rozpouštědla s aminem shora uvedeného vzorce V.

Získané močoviny vzorce I se mohou popřípadě převádět na adiční soli působením aminů, hydroxidů alkalických kovů nebo hydroxidů kovů alkalických zemin nebo kvarterních amoniových bází. To se daří například reakcí s ekvimolárním množstvím báze a odpařením rozpouštědla.

Výchozí látky vzorců II, IV, VIa, a VII jsou známe nebo se mohou vyrábět podle známých metod.

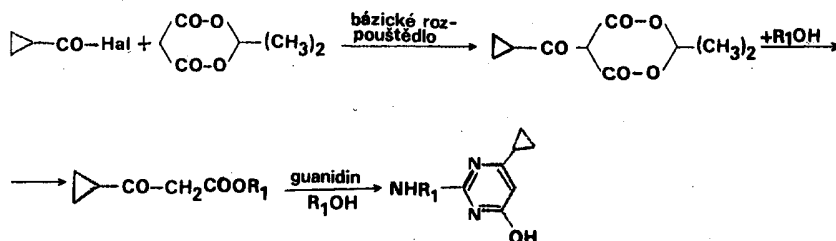
Cyklopropylpyrimidiny a cyklopropyltriaziny vzorce V, jejichž základem jsou také meziprodukty vzorců III a VI, jsou z části novými sloučeninami.

2-amino-4-cyklopropyl-6-methylpyrimidin se vyrábí tím, že se na cyklopropankarboxylovou kyselinu nebo na její anhydridy v acetonu působí plynným fluoridem boritým. Vznikne cyklopropylbutan-1,3-dion, který se izoluje a potom se ve vodném nebo v alkoholickém roztoku kondenzuje s guanidinem nebo se solí guanidinu podle následujícího reakčního schématu:



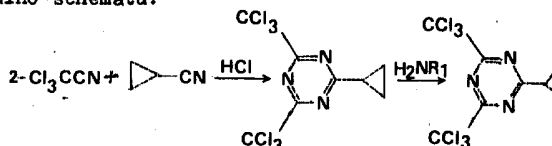
Tato sloučenina se může nechat přímo reagovat s arylsulfonylisokyanátem, nebo se může před reakcí známým způsobem přeměnit na isokyanát nebo na ester karbamové kyseliny.

2-amino-4-cyklopropyl-6-hydroxypyrimidin se získá reakcí halogenidu cyklopropylkarboxylové kyseliny, například chloridu nebo bromidu, s 2,2-dimethyl-4,6-dioxo-dioxanem (aceton-acetalem malonové kyseliny) v bázičtém rozpouštědle, jako například v pyridinu. Vznikne přitom 2,2-dioxan-4,6-dioxy-5-cyklopropylkarbonyl-dioxan, který ve vroucím alkoholu nebo ve vroucí vodě se rozštěpí na cyklopropyloxo-octovou kyselinu, popřípadě na její ester. Tato posléze uvedená sloučenina se nechá reagovat s guanidinem ve vodě nebo v nižším alkoholu za vzniku 2-amino-4-cyklopropyl-6-hydroxypyrimidinu podle následujícího reakčního schématu:



Hydroxyskupina se může nahradit atomem halogenu, jestliže se na tuto sloučeninu působí halogenačním činidlem, jako například oxychloridem nebo oxybromidem fosforečným. Atom halogenu lze na druhé straně nahradit známým způsobem jinými substituenty R_2 a takto získané 2-amino-4-cyklopropylpyrimidiny se pak mohou nechat přímo reagovat s arylsulfonylisokyanátem nebo se mohou reakcí známým způsobem přeměnit na isokyanát nebo na ester karbamové kyseliny.

2-amino-4-cyklopropyl-6-trichlormethyl-1,3,5-triazin se vyrábí tím, že se kondenzuje 2 mol trichloracetonitrilu s 1 mol cyklopropylnitrilu v přítomnosti chlorovodíku za vzniku 4-cyklopropyl-2,6-bis-(trichlormethyl)-1,3,5-triazinu a tato sloučenina se pak nechá reagovat s 1 mol amoniaku nebo aminu při teplotách od 0 do 160 °C za atmosférického tlaku podle následujícího reakčního schématu:



Reakcí buď 4-cyklopropyl-2,6-bis-trichlormethyl-1,3,5-triazinu nebo 2-amino-4-cyklopropyl-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu v absolutním rozpouštědle, s alespoň molárním množstvím alkanolu vzorce R_2OH nebo s jeho solí s alkalickým kovem dochází ke vzniku odpovídajících 2-amino-4-cyklopropyl-6-alkoxy-1,3,5-triazinů vzorce V nebo 2-cyklopropyl-4,6-bis-(alkoxy)-1,3,5-triazinů, které se mohou například při vyšších teplotách 40 až 140 °C a za tlaku přeměnit reakcí s alespoň molárním množstvím aminu na 2-amino-4-cyklopropyl-6-alkoxy-1,3,5-triazin. Takto získané 2-amino-4-cyklopropyl-1,3,5-triaziny se mohou nechat přímo reagovat s arylsulfonylisokyanátem nebo se mohou přeměnit reakcí známým způsobem na isokyanát nebo na ester karbamové kyseliny.

2-(γ -chlorpropyl)-4,6-bis-(trichlormethyl)-1,3,5-triazin se získá analogickým způsobem kondenzací 2 mol trichloracetonitrilu a 1 mol γ -chlorbutyronitrilu v přítomnosti chlorovodíku. Tato sloučenina se nechá reagovat s molárním množstvím aminu vzorce H_2NR_1 při teplotě 0 až 160 °C za atmosférického tlaku za vzniku 2-amino-4-(γ -chlorpropyl)-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu, který se převede působením alkoxidu alkalického kovu ve vhodném rozpouštědle při teplotě 0 až 200 °C na 2-amino-4-cyklopropyl-6-alkoxy-1,3,5-triazin a potom se dále zpracovává s isokyanátem arylsulfonové kyseliny nebo se zbytkem arylkarbamové kyseliny na žádanou močovinu vzorce I.

Tyto reakce za vzniku sloučeniny vzorce I se provádějí výhodně v aprotických, inertních, organických rozpouštědlech, jako je methylenchlorid, tetrahydrofuran, acetonitril, dioxan nebo toluen.

Reakční teploty se pohybují výhodně mezi -20 a +120 °C. Reakce probíhají obecně slabě exotermně a mohou se provádět při teplotě místnosti. Ke zkrácení reakční doby nebo také k nastartování reakce se reakční směs účelně zahřívá po krátkou dobu až na teplotu varu reakční směsi. Reakční doby se mohou rovněž zkrátit přidáním několika kapek báze nebo isokyanátu jako reakčního katalyzátoru.

Reakční produkty se mohou izolovat zahuštěním nebo/a odpařením rozpouštědla a překrystalováním nebo roztíráním pevného zbytku v rozpouštědlech, ve kterých jsou tyto špatně rozpustné, jako jsou ethery, aromatické uhlovodíky nebo chlorované uhlovodíky, se čistí.

Účinné látky vzorce I jsou stálými sloučeninami. Manipulace s těmito látkami nevyžaduje žádných bezpečnostních opatření.

Při nízkých aplikovaných dávkách, které se zpravidla pohybují mezi 0,01 a 1 kg/ha, se sloučeniny vzorce I vyznačují dobrými selektivními vlastnostmi, projevujícími se v brzdění růstu rostlin a dále dobrými selektivními herbicidními vlastnostmi. Na základě těchto vlastností se mohou používat v kulturách užitkových rostlin, zejména v obilovinách,

bavlníku, soji, kukuřici a rýži. Při tomto použití se částečně poškozují také plevely, které bylo dosud možno hubit jenom za použití totálních herbicidů.

Druh účinku těchto účinných látek je neobvyklý. Mnohé z těchto látek jsou translokovatelné, tzn., že jsou rostlinou odebírány a dopravovány na jiná místa, kde se potom uplatňuje jejich účinek. Tak se daří například povrchovým ošetřením hubit vytrvalé plevely až do jejich kořenů. Nové sloučeniny vzorce I působí již - ve srovnání s dalšími herbicidy a regulátory růstu rostlin - při velmi nízkých aplikovaných množstvích.

Sloučeniny vzorce I mají kromě toho silné vlastnosti projevující se při regulaci růstu rostlin, zejména pak mají schopnost brzdit růst rostlin. Pomocí těchto látek se dají ve svém růstu ovlivňovat jak jednoděložné tak i dvojděložné rostliny.

Tak se mohou například za použití sloučenin vzorce I selektivně brzdit ve svém růstu luštěniny pěstované často v tropických oblastech jako plodiny ke krytí půdy ("cover crops") tak, že se sice zamezí erosi mezi kulturními rostlinami, avšak plodiny používané ke krytí půdy nemohou být konkurencí pro kulturní rostlinu.

Dále jsou sloučeniny vzorce I vhodné k zamezení klíčení skladovaných brambor. U brambor dochází při skladování během zimy často ke klíčení, které způsobuje scvrkávání, ztrátu hmotnosti a hnilobu brambor.

Při vyšších aplikovaných množstvích se všechny testované rostliny počkozují ve svém vývoji tak značně, že odumírají.

Vynález se týká tudíž také herbicidních prostředků a prostředků k regulaci růstu rostlin, které obsahují novou účinnou látku vzorce I a které se používají ke zbrzdění růstu jednoděložných a dvouděložných rostlin a k hubení plevelů, a to jak při preemergentní tak i postemergentní aplikaci, zejména pak k hubení travin, dále ke zbrzdění růstu plodin používaných ke krytí půdy a ke zbrzdění výhonků tabáku.

Sloučeniny vzorce I se používají v nezměněné formě nebo výhodně jako prostředky společně s pomocnými přípravky, které se používají při výrobě takovýchto prostředků, a zpracovávají se tudíž například na emulzní koncentráty, přímo rozstřikovatelné nebo dále ředitelné roztoky, zředěné emulze, smáčitelné prášky, rozpustné prášky, popraše, granuláty, také enkapsulované například v polymerních látkách známým způsobem. Odpovídajícím způsobem se rovněž volí způsoby aplikace, jako postřik, zamlžování, poprašování, posypávání nebo zalévání, stejně tak jako typ prostředku v soulase s požadovanými cíli a danými poměry.

Prostředky, tj. prostředky obsahující účinnou látku vzorce I a popřípadě pevnou nebo kapalnou přísadu aplikační formy nebo koncentráty se vyrábějí známým způsobem, například důkladným smícháním nebo/a rozemletím účinných látek s plnidly, jako například s rozpouštědly, pevnými nosnými látkami, a popřípadě povrchově aktivními sloučeninami (tensidy).

Jako rozpouštědla mohou přicházet v úvahu aromatické uhlovodíky, výhodně frakce obsahující 8 až 12 atomů uhlíku, jako jsou směsi xylenu, nebo substituované naftaleny, estery kyseliny ftalové jako dibutylftalát nebo dioktylftalát, alifatické uhlovodíky, jako cyklohexan nebo parafinické uhlovodíky, alkoholy a glykoly, jakož i jejich ethery a estery, jako ethanol, ethylenglykol, ethylenglykolmonomethylether nebo ethylenglykolmonoethylether, ketony, jako cyklohexanon, silně polární rozpouštědla, jako N-methyl-2-pyrrolidon, dimethylsulfoxid nebo dimethylformamid, jakož i popřípadě epoxidované rostlinné oleje, jako epoxidovaný kokosový olej nebo sojový olej, nebo voda.

Jako pevné nosné látky, například pro popraše a dispergovatelné prášky, se používají zpravidla přírodní kamenné moučky, jako vápenec, mastek, kaolin, montmorillonit nebo attapulgit. Ke zlepšení fyzikálních vlastností se mohou přidávat také vysoce disperzní kyselina křemičitá nebo vysoce disperzní savé polymery. Jako zrněné, adsorptivní nosné látky granulátů přicházejí v úvahu póresní typy, jako například pemza, cihlová drť, sepiolit nebo bentonit, jako nesorptivní nosné materiály například vápenec nebo písek. Kromě toho se může používat velký počet předem granulovaných materiálů anorganického nebo organického původu, jako zejména dolomit nebo rozmělněné zbytky rostlin.

Jako povrchově aktivní sloučeniny přicházejí v úvahu podle druhu zpracovávané účinné látky vzorce I neionogenní, kationaktivní nebo/a anionaktivní tensidy s dobrými emulgačními, dispergačními a smáčecími vlastnostmi. Tensidy se rozumí také směsi tensidů.

Vhodnými anionickými tensidy mohou být jak tzv. ve vodě rozpustná mýdla, tak i ve vodě rozpustné syntetické povrchově aktivní sloučeniny.

Jako mýdla lze uvést soli vyšších mastných kyselin (s 10 až 22 atomy uhlíku) a alkalickými kovy, s kovy alkalických zemin nebo odpovídající popřípadě substituované amonné soli, jako jsou například sodné nebo draselné soli olejové kyseliny nebo stearové kyseliny nebo směsí přírodních mastných kyselin, které se získávají například z kokosového oleje nebo z oleje získaného z loje. Uvést nutno dále také soli mastných kyselin s methyltaurinem.

Častěji se však používají tzv. syntetické tensidy, zejména, mastné sulfonáty, mastné sulfáty, sulfonované deriváty benzimidazolu nebo alkylarylsulfonáty.

Mastné sulfonáty nebo mastné sulfáty se vyskytují zpravidla jako soli s alkalickými kovy, s kovy alkalických zemin nebo popřípadě jako substituované amoniové soli a obsahují alkylový zbytek s 8 až 22 atomy uhlíku, přičemž alkyl zahrnuje také alkylovou část acylových zbytků, jako je například sodná nebo vápenatá sůl signinsulfonové kyseliny, esteru dodecylsírové kyseliny nebo směs sulfatovaných mastných alkoholů vyrobená z přírodních mastných kyselin. Sem patří také soli esterů sírové kyseliny a sulfonových kyselin aduktů mastných alkoholů s ethylenoxidem. Sulfonované deriváty benzimidazolu obsahují výhodně 2 sulfoskupiny a zbytek mastné kyseliny s 8 až 22 atomy uhlíku. Alkylarylsulfonáty jsou představovány například sodnými, vápenatými nebo triethanolamoniovými solmi dodecylbenzensulfonové kyseliny, dibutylnaftalensulfonové kyseliny nebo kondenzačního produktu naftalensulfonové kyseliny a formaldehydu.

V úvahu přicházejí dále také odpovídající fosfáty, jako například soli esteru fosforečné kyseliny aduktu p-nonylfenolu s ethylenoxidem (4 až 14).

Jako neionogenní tensidy přicházejí v úvahu především deriváty polyglykoetherů alifatických nebo cykloalifatických alkoholů, nasycených nebo nenasycených mastných kyselin a alkylfenolů, které mohou obsahovat 3 až 30 g glykoetherových skupin a 8 až 20 atomů uhlíku ve zbytku (alifatického) uhlovodíku a 6 až 18 atomů uhlíku v alkylovém zbytku alkylfenolů.

Dalšími vhodnými neionogenními tensidy jsou ve vodě rozpustné adukty polyethylenoxidu s polypropylenglykolem, ethylendiaminopolypropylenglykolem a alkylpolypropylenglykolem s 1 až 10 atomy uhlíku v alkylovém řetězci, obsahující 20 až 250 ethylenglykoetherových skupin a 10 až 100 propylenglykoetherových skupin. Uvedené sloučeniny obsahují obvykle na jednu jednotku propylenglykolu jednu až pět jednotek ethylenglykolu.

Jako příklady neionogenních tensidů lze uvést nonylfenolpolyethoxyethanoly, polyglykolethery ricinového oleje, adukty polypropylenu s polyethylenoxidem, tributylfenoxypolyethoxyethanol, polyethylenglykol a oktylfenoxypolyethoxyethanol.

Dále přicházejí v úvahu také estery mastných kyselin odvozené od polyoxyethylensorbitanu, jako je polyoxyethylensorbitan-trioleát.

U kationických tensidů se jedná především o kvarterní amoniové soli, které obsahují jako substituent na atomu dusíku alespoň jeden alkylový zbytek s 8 až 22 atomy uhlíku a které obsahují jako další substituenty nižší, popřípadě halogenované alkylové zbytky, benzylové zbytky nebo nižší hydroxyalkylové zbytky. Tyto soli se vyskytují výhodně ve formě halogenidů, methylsulfátů a jako příklad lze uvést například stearyltrimethylamoniumchlorid nebo benzyl-di-(2-chlorethyl)ethylamoniumbromid.

Tensidy upotřebitelné při výrobě takovýchto prostředků podle vynálezu jsou popsány kromě jiného v následujících publikacích: "Mc Cutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual" MC Publishing Corp., Ringwood, New Jersey, 1979; Sisely and Wood, "Encyclopedia of Surface Active Agents", Chemical Publishing Co., Inc. New York, 1964.

Pesticidní prostředky obsahují zpravidla 0,1 až 95 %, zejména 0,1 až 80 % účinné látky vzorce I, 1 až 99,9 % pevné nebo kapalné přísady a 0 až 25 % zejména 0,1 až 25 % tensidu.

Prostředky mají zejména následující výhodné složení (procenty jsou míněna procenta hmotnostní):

Emulgovaný koncentrát

účinná látka	1 až 20 %, výhodně 5 až 10 %
povrchově aktivní prostředek	5 až 30 %, výhodně 10 až 20 %
kapalný nosič	50 až 94 %, výhodně 70 až 85 %

Popraš

účinná látka	0,1 až 10 %, výhodně 0,1 až 1 %
pevný nosič	99,9 % až 90 %, výhodně 99,9 až 99 %

Suspenzní koncentrát

účinná látka	5 až 75 %, výhodně 10 až 50 %
voda	94 až 25 %, výhodně 90 až 30 %
povrchově aktivní prostředek	1 až 40 %, výhodně 2 až 30 %

Smáčitelný prášek

účinná látka	0,5 až 90 %, výhodně 1 až 80 %
povrchově aktivní prostředek	0,5 až 20 %, výhodně 1 až 15 %
pevný nosič	5 až 95 %, výhodně 15 až 90 %

Granulát

účinná látka	0,5 až 30 %, výhodně 3 až 15 %
pevný nosič	99,5 až 70 %, výhodně 97 až 85 %

Zatímco jako obchodní zboží jsou výhodné spíše koncentrované prostředky, používá konečný spotřebitel zpravidla zředěných prostředků. Aplikační formy se mohou ředit až na obsah 0,001 % účinné látky. Aplikované množství činí zpravidla 0,001 až 10 kg účinné látky na 1 ha, výhodně 0,025 až 5 kg účinné látky na 1 ha.

Uvedené prostředky mohou obsahovat také další přísady, jako stabilizátory, prostředky proti pění, regulátory viskozity, pojidla, adheziva, jakož i hnojiva nebo další účinné látky k dosažení speciálních účinků.

V následujících příkladech jsou teploty udávány ve stupních Celsia.

Příklad 1

Výroba 2-cyklopropyl-4,6-bis-trichlormethyl-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

760 g trichloracetonitrilu se ochladí na teplotu -15°C a roztokem se nechá probublatvat plyný chlorovodík až do nasycení. Potom se pomalu za chlazení a za přívodu plyného chlorovodíku přidá 230 g cyklopropylnitrilu tak, aby teplota nepřesáhla přes -10°C . Potom se chladicí lázeň odebere a reakční směs se míchá při teplotě místnosti, až se teplota zvýší na 15°C . Od 10°C dochází k mírně exothermní reakci za odštěpování vodíku a tato reakce je ukončena po 20 hodinách míchání při teplotě 15 až 20°C .

Nyní se přidá vždy 1,5 litru etheru a hexanu k reakční směsi a směs se dále dobře míchá a poté se zfiltruje. Filtrát se zahustí, zbytek se povaří v 700 ml hexanu, znovu se zfiltruje a filtrát se znovu odpaří. Zbytek se překrystaluje z methanolu. Získá se 350 g shora uvedeného triazinu o teplotě tání 100 až 102°C .

Příklad 2

Výroba 2-amino-4-cyklopropyl-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu

71,2 g 2-cyklopropyl-4,6-bis-trichlormethyl-1,3,5-triazinu se rozpustí v 70 ml tetrahydrofuranu a při teplotě místnosti a za míchání se přidá 300 ml koncentrovaného vodného roztoku amoniaku. Směs se míchá dalších 30 minut, poté se zředí vodou a vzniklá emulze se extrahuje etherem. Etherické fáze se shromažďují, poté se vysuší, zfiltrují a filtrát se odpaří. Zbytek krystaluje. Zbude 48 g krystalické sloučeniny uvedené v názvu o teplotě tání 111 až 114°C .

Příklad 3

Výroba 2-cyklopropyl-4-methoxy-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu

K roztoku 48 g 2-cyklopropyl-4,6-bis-(trichlormethyl)-1,3,5-triazinu ve 200 ml methanolu se za míchání přidá 4,9 g methoxidu sodného. Po 1 hodině míchání při teplotě místnosti se směs zfiltruje a filtrát se odpaří k suchu.

Získá se 28,5 g sloučeniny uvedené v názvu ve formě světle červeného oleje, který po nějaké době ztuhne. Teplota tání 49 až 51°C .

Příklad 4

Výroba 2-cyklopropyl-4,6-dimethoxy-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

K roztoku 71,2 g 2-cyklopropyl-4,6-bis-(trichlormethyl)-1,3,5-triazinu ve 200 ml methanolu se přidá 8,1 g methoxidu sodného a reakční směs se míchá 5 hodin při teplotě místnosti. Potom se roztok odpaří k suchu a zbytek se rozmíchá se 200 ml etheru. Získaná suspenze se zfiltruje a zfiltrát se zahustí. Zbytek krystaluje a znovu se překrystaluje ze směsi etheru a hexanu. Tímto způsobem se získá 35,7 g shora uvedeného triazinu o teplotě tání 68 až 70°C .

P ř í k l a d 5

Výroba 2-cyklopropyl-4-amino-6-methoxy-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

K roztoku 10,8 g methoxidu sodného v 50 ml methanolu se přidá 28,9 g 2-amino-4-(3-chlorpropyl)-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu a směs se míchá po dobu 80 minut při teplotě 60 °C. Vzniklá suspenze se poté zfiltruje, filtrát se zředí 250 ml vody a třikrát se extrahuje vždy 200 ml ethylenchloridu. Organické fáze se vysuší, zfiltrují se a odpaří se. Zbylý olej se čistí chromatografií na sloupci silikagelu. Jako elučního činidla se používá směs methylenchloridu a etheru v poměru 3:1. Po odpaření rozpouštědla zůstane 2,1 g sloučeniny uvedené v názvu, která se překrystaluje ze směsi etheru a chloroformu. Teplota tání 158 až 159 °C.

P ř í k l a d 6

Výroba 2-amino-4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

Roztokem 5 g 2-cyklopropyl-4,6-dimethoxy-1,3,5-triazinu v 30 ml methanolu se nechá při teplotě místnosti probublovat plynný amoniak až do nasycení. Roztok se potom míchá v zatavené trubici (autoklávu) při teplotě 140 °C po dobu 1 hodiny. Po ochlazení se reakční směs zfiltruje. Získá se 0,5 g sloučeniny uvedené v názvu ve formě světle hnědých krystalů, které tají při 156 až 157 °C.

P ř í k l a d 7

Výroba 2-amino-4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

K roztoku 1 g 2-cyklopropyl-4-methoxy-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu ve 3 ml tetrahydrofuranu se přidá 5 ml koncentrovaného vodného amoniaku, vše se uzavře do zatavené trubice a směs se pak zahřívá 30 minut na teplotu 80 °C. Po ochlazení se reakční směs zfiltruje, zbytek na filtru se rozpustí ve 30 ml methylenchloridu a roztok se vysuší síranem hořečnatým a odpaří se. Takto získaný zbytek krystaluje. Získá se 0,4 g bílých krystalů, které tají při teplotě 157 až 158 °C.

P ř í k l a d 8

Výroba 2-amino-4-(3-chlorpropyl)-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

102,3 g 2-(3-chlorpropyl)-4,6-bis-(trichlormethyl)-1,3,5-triazinu se rozpustí ve 100 ml tetrahydrofuranu a k tomuto roztoku se za míchání při teplotě místnosti přidá 400 ml koncentrovaného vodného roztoku amoniaku. Po 30 minutách se přidá 500 ml vody a reakční směs se dvakrát extrahuje vždy 100 ml etheru. Etherické fáze se vysuší síranem hořečnatým, zfiltrují se a filtrát se odpaří. Zůstane 68,3 g sloučeniny uvedené v názvu ve formě světle hnědého oleje.

Index lomu $n_D^{28} = 1,5211$.

P ř í k l a d 9

Výroba 2-(3-chlorpropyl)-4,6-bis-(trichlormethyl)-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

Roztokem 103 g 4-chlorbutyronitrilu ve 298 g trichloracetonitrilu se nechá při teplotě -20°C proudit plyný chlorovodík až do nasycení. Potom se pomalu za míchání reakční směs zahřeje na teplotu místnosti, přičemž dochází jen k relativně mírnému vývinu a vytváření krystalické sraženiny. Potom se přidá ještě 1 litr toluenu a reakční směs se míchá při teplotě 85°C , až se již dále nevyvíjí žádný plyný chlorovodík. Míchání se poté přeruší, směs se nechá vychladnout a dekantací se oddělí čirý roztok od kalu, který se usadil. Roztok se odpaří a zbylý olej se destiluje ve vysokém vakuu. Tímto způsobem se získá 294 g sloučeniny uvedené v názvu. Teplota varu 150 až $160^{\circ}\text{C}/20\text{ Pa}$.

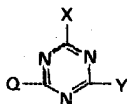
Index lomu $n_D^{27} = 1,5498$.

Příklad 10

Výroba 2-amino-4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazinu (meziprodukt)

K roztoku 10,8 g methoxidu sodného v 50 ml methanolu se přidá 25,3 g 2-amino-4-cyklopropyl-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu a směs se míchá 80 minut při teplotě 60°C . Potom se přidá 300 ml vody a vzniklá suspenze se zfiltruje. Zbytek na filtru se dvakrát znovu suspenduje vždy ve 100 ml ethylacetátu a suspenze se znovu zfiltruje. Organické fáze se shromažďují, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se. Tímto způsobem se získá olej, který krystaluje, jestliže se rozmíchá v etheru. Získá se 6,7 g sloučeniny uvedené v názvu o teplotě tání 158 až 159°C .

Analogickým postupem jako ve shora uvedených příkladech se vyrobí následující deriváty triazinu, které se používají jako výchozí látky:



Q	X	Y	Fyzikální data
CCl_3	cyklopropyl	CCl_3	t.t. 100 až 102°C příklad 1
NH_2	cyklopropyl	CCl_3	t.t. 114 až 116°C příklad 2
OCH_3	cyklopropyl	CCl_3	t.t. 49 až 51°C příklad 3
CH_3	cyklopropyl	CH_3	t.t. 68 až 70°C příklad 4
NH_2	cyklopropyl	OCH_3	t.t. 158 až 159°C příklady 5, 6, 7, 10
NH_2	ClC_3H_6-	CCl_3	olej příklad 8
CCl_3	ClC_3H_6-	CCl_3	olej $n_D^{27} = 1,5498$ příklad 9
$\text{NHC}_3\text{H}_7\text{n}$	cyklopropyl	CCl_3	olej
$\text{NHC}_3\text{H}_7\text{n}$	cyklopropyl	NHC_2H_5	olej
OCH_3	cyklopropyl	OH	t.t. 160 až 164°C
$\text{NHC}_3\text{H}_7\text{n}$	cyklopropyl	NH_2	pryskyřice
OC_2H_5	cyklopropyl	CCl_3	olej
NHCH_3	cyklopropyl	CCl_3	t.t. 100 až 102°C
NHC_2H_5	cyklopropyl	CCl_3	t.t. 47 až 49°C
$\text{NHC}_3\text{H}_7\text{iso}$	cyklopropyl	CCl_3	olej
$\text{N}(\text{CH}_3)_2$	cyklopropyl	CCl_3	t.t. 59 až 61°C
NHCH_3	cyklopropyl	OCH_3	
NHCH_3	cyklopropyl	OC_2H_5	
NHCH_3	cyklopropyl	OCHCF_3	
NH_2	cyklopropyl	OC_2H_5	

Q	X	Y	Fyzikální data
NH ₂	cyklopropyl	OCH ₂ CF ₂	
NH ₂	cyklopropyl	OC ₂ H ₄ Cl	
NH ₂	cyklopropyl	OC ₂ H ₄ OCH ₃	
NH ₂	cyklopropyl	OCH(CH ₃) ₂	
NH ₂	cyklopropyl	SCH ₃	
NH ₂	cyklopropyl	NHNHCH ₃	
NH ₂	cyklopropyl	N(CH ₃)NHCH ₃	
NH ₂	cyklopropyl	NHCOCH ₃	
NH ₂	cyklopropyl	NH ₂	

P ř í k l a d 11

Výroba 1-cyklopropylbutan-1,3-dionu (meziprodukt)

Po dobu 1 hodiny se při teplotě 40 °C vede směsí 191 g cyklopropankarboxylové kyseliny a 45 g acetonu plynný fluorid boritý. Vznikne černý olejovitý produkt, který se zředí 800 ml etheru. Potom se etherická fáze promyje čtyřikrát vždy 300 ml vody a konečně se za chlazení ledem přidá 30% roztok hydroxidu sodného až k dosažení hodnoty pH přibližně 9. Etherická vrstva se oddělí a vodná fáze se ještě třikrát extrahuje vždy 300 ml etheru. Etherické fáze se spojí, vysuší se síranem sodným, čistí se přes aktivní uhlí, zfiltrují se a filtrát se odpaří. Zbylý olej se čistí chromatografováním na sloupci silikagelu za použití směsi etheru a hexanu v poměru 1:3 jako elučního činidla. Po odpaření rozpouštědla zbude 22 g sloučeniny uvedené v názvu ve formě světlého oleje.

Index lomu $n_D^{24} = 1,488$.

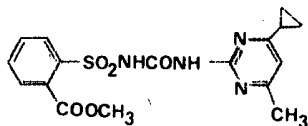
P ř í k l a d 12

Výroba 2-amino-4-cyklopropyl-6-methylpyrimidinu (meziprodukt)

Směs 10 g 1-cyklopropylbutan-1,3-dionu a 150 g vody se smísí s přísávkem 15 g guanidikarbonátu a poté se reakční směs míchá 5 hodin při teplotě 95 °C. Potom se reakční směs odpaří až na objem 50 ml a ochlazený vodný koncentrát se třikrát extrahuje vždy 100 ml ethylenchloridu. Organická fáze se vysuší síranem hořečnatým a odpaří se. Zbytek krystaluje. Popsaným způsobem se získá 5 g sloučeniny uvedené v názvu o teplotě tání 113 až 115 °C.

P ř í k l a d 13

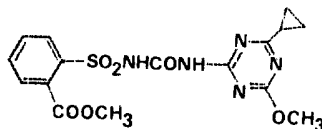
Výroba N-(4-cyklopropyl-6-methylpyrimidin)-2-yl)-N'-(2-methoxykarbonylbenzensulfonyl)močoviny



2,4 g 2-methoxykarbonylbenzensulfonylisokyanátu se přidá ke směsi 1 g 2-amino-4-cyklopropyl-6-methylpyridinu v 7 ml etheru a 7 ml ethylenchloridu a směs se míchá při teplotě místnosti po dobu 14 hodin. Vyloučená sraženina se odfiltruje. Takto se získá 2,2 g shora uvedené močoviny o teplotě tání 173 až 175 °C.

P ř í k l a d 14

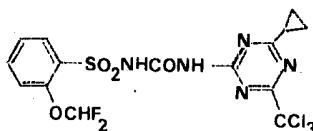
Výroba N-(4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-(2-methoxykarbonylbenzensulfonyl)-močoviny



Pod atmosférou dusíku a za míchání se přidá 2,1 g 2-methoxykarbonylbenzensulfonylisokyanátu k roztoku 1,3 g 2-amino-4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazinu v 10 ml methylenchloridu. Dojde k mírně exothermní reakci, která však rychle odezní. Reakční směs se míchá 14 hodin při teplotě místnosti a potom se roztok přidáním etheru přivede ke krystalizaci. Sraženina se odfiltruje a vysuší se. Tímto způsobem se získá 2,3 g shora uvedené močoviny, která taje při 166 až 168 °C.

P ř í k l a d 15

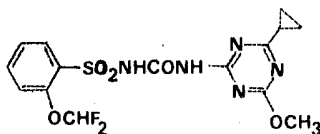
Výroba N-(4-cyklopropyl-6-trichlormethyl-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-(2-difluormethoxybenzensulfonyl)močoviny



2,7 g 2-difluormethoxybenzensulfonylisokyanátu se přidá k roztoku 2,54 g 2-amino-4-cyklopropyl-6-trichlormethyl-1,3,5-triazinu a směs se míchá 14 hodin při teplotě místnosti. Potom se přidá hexan až do vysrážení reakčního produktu. Reakční produkt se odfiltruje a zbytek na filtru se vysuší. Takto se získají 3 g shora uvedené močoviny, která taje při 103 až 105 °C.

P ř í k l a d 16

Výroba N-(4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-(2-difluormethoxybenzensulfonyl)-močoviny



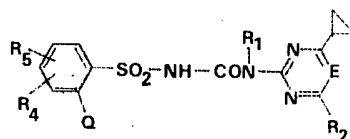
3,75 g 2-difluormethoxybenzensulfonylisokyanátu se přidá k roztoku 2,5 g 2-amino-4-cyklopropyl-6-methoxy-1,3,5-triazinu v 15 ml methylenchloridu a směs se míchá 70 hodin při teplotě místnosti. Potom se směs zahustí a ke zbytku se přidá 25 ml etheru. Vyloučí se krystalická sraženina, která se odfiltruje. Takto se získá 4,7 g shora uvedené močoviny, která taje při 121 až 124 °C.

Příklad 17

Sloučenina uvedená v příkladu 16 se může vyrobit také následujícím způsobem:

Roztok 0,54 g methoxidu sodného v 26 g methanolu se přidá k roztoku 0,9 g N-(4-cyklopropyl-6-trichlormethyl-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-(2-difluormethoxybenzensulfonyl)-močoviny (příklad 15) a směs se míchá 1 hodinu při teplotě 50 °C. Reakční směs se potom vylije do 100 ml vody, směs se okyslí 10% vodným roztokem chlorovodíkové kyseliny až na pH a provede se extrakce vždy 50 ml methylenchloridu. Organické fáze se vysuší hořčíkem, zfiltrují se a filtrát se odpaří. Zbude olej, který po roztírání v etheru krystaluje. Krystaly se překrystalují z etheru. Získá se 0,66 g shora uvedené močoviny, která taje při 122 až 124 °C.

Analogickým způsobem jako ve shora uvedených příkladech se vyrobí následující sulfonyl-močoviny:



Číslo	Q	R ₁	R ₂	E	Teplota tání (°C)
1	COOCH ₃	H	OCH ₃	N	166 až 168 příklad 14
2	COOCH ₃	H	CCl ₃	N	162 rozklad
3	Cl	H	OCH ₃	N	161 až 164
4	OCHF ₂	H	OCH ₃	N	121 až 124 příklady 16, 17
5	COOCH ₃	H	NHC ₃ H ₇ n	N	187 až 188
6	NO ₂	H	OCH ₃	N	179 až 182
7	COOCH ₃	H	OC ₂ H ₅	N	154 až 156
8	OCH ₃	H	OCH ₃	N	142 až 146
9	OCHF ₂	H	CCl ₃	N	103 až 105
10	OCHF ₂	H	OC ₂ H ₅	N	143 až 144
11	NO ₂	H	OC ₂ H ₅	N	182 až 184
12	OCH ₃	H	OC ₂ H ₅	N	149 až 151
13	COOCH ₃	CH ₃	OCH ₃	N	149 až 151
14	OCHCF ₂	CH ₃	OCH ₃	N	118 až 120
15	OCH ₃	CH ₃	OCH ₃	N	121 až 123
16	COOCH ₃	CH ₃	CCl ₃	N	133 až 135
17	OCHF ₂	H	CCl ₃	N	138 až 140 příklad 15
18	OCHF ₂	H	Cl	CH	
19	COOCH ₃	H	CH ₃	CH	173 až 175 příklad 13
20	OCHF ₂	H	CH ₃	CH	168 až 169
21	OCH ₃	H	CH ₃	CH	160 až 162
22	NO ₂	H	CH ₃	CH	153 až 157
23	OCHF ₂	H	NHC ₃ H ₇ iso	N	233 až 236
24	Cl	H	NHC ₃ H ₇ iso	N	209 až 211
25	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	OCH ₃	N	130 až 132
26	COOCH ₃	H	NHC ₃ H ₇ iso	N	210 až 212
27	OCH ₃	H	NHC ₃ H ₇ iso	N	202 až 205
28	NO ₂	H	NHC ₃ H ₇ iso	N	211 až 215
29	Cl	H	OH	CH	
30	NO ₂	H	OH	CH	
31	Cl	H	CH ₃	CH	
32	Cl	H	OCH ₃	CH	

Číslo	Q	R ₁	R ₂	E	Teplota tání (°C)
33	Cl	H	OC ₂ H ₅	CH	
34	OCH ₃	H	OCH ₃	CH	
35	OCH ₃	H	OC ₂ H ₅	CH	
36	OCH ₃	H	OCH ₂ CF ₃		
37	NO ₂	H	OCH ₃	CH	201 až 203
38	NO ₂	H	OC ₂ H ₅	CH	
39	NO ₂	H	OCH ₂ CF ₃	CH	
40	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	CH ₃	CH	
41	COOCH ₃	H	OCH ₃	CH	176 až 178
42	COOCH ₃	H	OC ₂ H ₅	CH	
43	COOCH ₃	H	OCH ₂ CF ₃	N	
44	COOCH ₃	H	OCH ₂ CF ₃	CH	
45	NO ₂	H	OCH ₂ CF ₃	N	
46	OCHF ₂	H	OCH ₂ CF ₃	N	
47	OCHF ₂	H	OCH ₃	CH	170 až 172
48	OCHF ₂	H	OC ₂ H ₅	CH	
49	OCHF ₂	H	OCH ₂ CF ₃	CH	
50	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	OC ₂ H ₅	N	
51	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	OCH ₂ CF ₃	N	
52	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	CH ₃	CH	
53	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	OCH ₃	CH	178 až 181
54	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	OC ₂ H ₅	CH	
55	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	OCH ₂ CF ₃	CH	
56	SCHF ₂	H	OCH ₃	N	
57	SCHF ₂	H	OC ₂ H ₅	N	
58	SCHF ₂	H	OCH ₂ CF ₃	N	
59	SCHF ₂	H	CH ₃	CH	
60	SCHF ₂	H	OCH ₃	CH	
61	SCHF ₂	H	OC ₂ H ₅	CH	
62	SCHF ₂	H	OCH ₂ CF ₃	CH	
63	COOCH ₃	H	Cl	CH	190 až 193
64	COOCH ₃	H	NHC ₂ H ₅	N	208 až 210
65	OCHF ₂	H	NHC ₂ H ₅	H	230 až 232
66	Cl	H	N(CH ₃) ₂	N	188 až 190
67	OCHF ₂	H	NHCH ₃	N	222 až 223
68	OCHF ₂	H	N(CH ₃) ₂	N	160 až 162
69	COOCH ₃	H	N(CH ₃) ₂	N	153 až 156
70	Cl	H	NHC ₂ H ₅	N	227 až 228
71	NO ₂	H	NHC ₂ H ₅	N	215 až 217
72	Cl	H	SCH ₃	N	120 až 125
73	NO ₂	H	Cl	CH	200
74	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	Cl	CH	153 až 154
75	Cl	H	Cl	CH	203 až 205
76	OC(Cl)=CHCl	H	Cl	CH	197 až 200
77	OC(Cl)=CHCl	H	OCH ₃	CH	212 až 215
78	CO ₂ CH ₃	H	CH ₃	N	158 až 160
79	COOCH ₃	H	OCHF ₂	N	140 až 142
80	COOCH ₃	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	CH	178 až 180
81	OCHF ₂	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	CH	153 až 155
82	Cl	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	CH	215 až 218
83	F	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	CH	194 až 197
84	CH ₃	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	CH	193 až 197
85	OC(Cl)=CHCl	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	CH	214 až 215
86	OCHF ₂	H	CH ₃	N	152 až 153

Číslo	Q	R ₁	R ₂	E	Teplota tání (°C)
87	Cl	H	CH ₃	N	155 až 157
88	F	H	CH ₃	N	159 až 161
89	OC ₂ H ₄ Cl	H	CH ₃	N	163 až 165
90	OC(Cl)=CHCl	H	CH ₃	N	172 až 174
91	SCHF ₂	H	CH ₃	N	178 až 180
92	COOCH ₃	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	N	186 až 188
93	OCHF ₂	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	N	120 až 125
94	Cl	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	N	195 až 197
95	F	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	N	174 až 176
96	OCH ₂ CH ₂ Cl	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	N	178 až 180
97	O(Cl)=CHCl	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	N	206 až 209
98	SCHF ₂	H	C ₃ H ₅ (cyklo)	N	165 až 168
99	OCHF ₂	H	CH ₂ OCH ₃	N	109 až 112
100	Cl	H	CH ₂ OCH ₃	N	172 až 175
101	F	H	CH ₂ OCH ₃	N	132 až 136
102	OCH ₂ CH ₂ Cl	H	CH ₂ OCH ₃	N	142 až 146
103	OC ₂ H ₄ OCH ₃	H	CH ₂ OCH ₃	N	129 až 132
104	COOCH ₃	H	C ₂ H ₅	N	168 až 170
105	OCHF ₂	H	C ₂ H ₅	N	106 až 109
106	Cl	H	C ₂ H ₅	N	190 až 193
107	F	H	C ₂ H ₅	N	156 až 158
108	OCH ₂ CH ₂ Cl	H	C ₂ H ₅	N	163 až 167
109	OCH ₂ CH ₂ Cl	H	C ₂ H ₅	N	136 až 138
110	SCHF ₂	H	OCH ₃	N	163 až 165
111	OC ₂ H ₅ Cl	H	OCH ₃	N	155 až 158
112	Cl	H	OC ₂ H ₅	N	139 až 142
113	OCH ₂ CH ₂ Cl	H	OC ₂ H ₅	N	152 až 155
114	OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	H	OC ₂ H ₅	N	132 až 135
115	SCHF ₂	H	OC ₂ H ₅	N	163 až 166
116	COOCH ₃	H	OC ₂ H ₅	N	136 až 139
117	COOCH ₃	H	SCH ₃	CH	
118	COOCH ₃	H	OC ₂ H ₅	CH	
119	OCF ₃	H	OCH ₃	N	
120	OCF ₃	H	OC ₂ H ₅	N	
121	OCHF ₂	H	SCH ₃	CH	
122	NO ₂	H	SCH ₃	CH	
123	OCH ₂ CH ₂ Cl	H	SCH ₃	CH	
124	OCH ₂ CH ₂ Cl	H	SCH ₃	CH	
125	OC(Cl)=CHCl	H	SCH ₃	CH	
126	SCH ₂ OCH ₃	H	OCH ₃	N	
127	SCH ₂ OCH ₃	H	OC ₂ H ₅	N	
128	SCH ₂ CH=CH ₂	H	OCH ₃	N	
129	SCH ₂ CH=CH ₂	H	OC ₂ H ₅	N	
130	SCH ₂ CH=CH ₂	H	OCH ₃	CH	
131	SCH ₂ CH=CH ₂	H	OC ₂ H ₅	CH	
132	SCH ₂ OCH ₃	H	OCH ₃	CH	
133	SCH ₂ OCH ₃	H	OC ₂ H ₅	CH	
134	SCH ₂ C=CH	H	OCH ₃	N	
135	SCH ₂ C=CH	H	OC ₂ H ₅	N	
136	SCH ₂ C=CH	H	OCH ₃	CH	
137	S(O)CH ₂ C=CH	H	OCH ₃	N	
138	S(O)CH ₂ C=CH	H	OCH ₃	CH	
139	SO ₂ CH ₂ C=CH	H	OCH ₃	N	

Číslo	Q	R ₁	R ₂	E	Teplota tání (°C)
140	SO ₂ CH ₂ C=CH	H	OCH ₃	CH	
141	S(O)CH ₂ CH=CH	H	OCH ₃	N	
142	OCH ₂ CH=CH ₂	H	OCH ₃	N	
143	OCH ₂ C≡CH	H	OCH ₃	N	
144	NHCOCH ₃	H	OCH ₃	N	
145	CON(CH ₃) ₂	H	OCH ₃	N	
146	SO ₂ CH ₂ C ₆ H ₅	H	OCH ₃	N	

Příklady prostředků:

P ř í k l a d 18

Příklady prostředků pro účinné látky vzorce I (% = % hmotnostní)

a) Smáčitelný prášek	a)	b)	c)
účinná látka vzorce I	20 %	60 %	0,5 %
natriumligninsulfonát	5 %	5 %	5 %
natriumlaurylsulfát	3 %	-	-
natriumdiisobutylnaftalensulfonát	-	6 %	6 %
oktylfenolpolyethylenglykoether (7 až 8 mol ethylenoxidu)	-	2 %	2 %
vysocedisperzní kyselina křemičitá	5 %	27 %	27 %
kaolin	67 %	-	-
chlorid sodný	-	-	59,5 %

Účinná látka se dobře smísí s přísadami a směs se dobře rozele ve vhodném mlýnu. Získá se smáčitelný prášek, který se dá vodou ředit na suspenze každé požadované koncentrace.

b) Emulzní koncentrát	a)	b)
účinná látka	10 %	1 %
oktylfenolpolyethylenglykoether (4 až 5 mol ethylenoxidu)	3 %	3 %
vápenatá sůl dodecylbenzensulfonové kyseliny	3 %	3 %
polyglykoether ricinového oleje (36 mol ethylenoxidu)	4 %	4 %
cyklohexanon	30 %	10 %
směs xylenu	50 %	79 %

Z tohoto koncentráту se mohou ředěním vodou vyrábět emulze každé požadované koncentrace.

c) Popraš	a)	b)
účinná látka	0,1 %	1 %
mastek	99,9 %	-
kaolin	-	99 %

Přímo upotřebitelná popraš se získá tím, že se účinná látka smísí s nosnou látkou a směs se rozeře ve vhodném mlýnu.

d) Granulát získaný vytlačováním:	a)	b)
účinná látka	10 %	1 %
natriumligninsulfonát	2 %	2 %
karboxymethylceluloza	1 %	1 %
kaolin	87 %	96 %

Účinná látka se smísí s přísadami, směs se rozeře a zvlhčí se vodou. Tyto směs se potom zpracovává na vytlačovacím stroji a vytlačený produkt se usuší v proudu vzduchu.

e) Obalovaný granulát	a)
účinná látka	3 %
polyethylenglykol(molekulová hmotnost 200)	3 %
kaolin	94 %

Jemně rozemletá účinná látka se v mísiči rovnoměrně nanáší na kaolin zvlhčený polyethylenglykolem. Tímto způsobem se získá obalovaný granulát prostý prachu.

f) Suspenzní koncentrát	a)	b)
účinná látka	40 %	5 %
ethylenglykol	10 %	10 %
nonylfenolpolyethylenglykoether (15 mol ethylenoxidu)	6 %	1 %
natriumligninsulfonát	10 %	5 %
karboxymethylceluloza	1 %	1 %
37% vodný roztok formaldehydu	0,2 %	0,2 %
silikonový olej ve formě		
75% vodné emulze	0,8 %	0,8 %
voda	32 %	77 %

Jemně rozemletá účinná látka se důkladně smísí s přísadami. Takto se získá suspenzní koncentrát, ze kterého se mohou vyrábět ředěním vodou suspenze každé požadované koncentrace.

g) Roztok soli	a)
účinná látka	5 %
isopropylamin	1 %
oktylfenolpolyethylenglykoether (78 mol ethylenoxidu)	3 %
voda	91 %

Příklady ilustrující biologickou účinnost

Příklady 19

Herbicidní účinek při aplikaci před vzejitím rostlin

Ve skleníku se do květináčů o průměru 12 až 15 cm zasejí semena rostlin. Bezprostředně poté se povrch půdy ošetří vodnou disperzí nebo roztokem účinných látek. Používá se koncentrací 500 a 250 g účinné látky na 1 ha. Květináče se potom uchovávají ve skleníku při teplotě 22 až 25 °C a při 50 až 70% relativní vlhkosti vzduchu. Po 3 týdnech se pokus vyhodnotí.

Stav rostlin se hodnotí podle následující stupnice:

- 9 rostlina vschází jako neošetřená kontrolní rostlina, žádné poškození
- 8 velmi slabé fyto toxické symptomy
- 7 mírné poškození
- 6 regenerovatelné poškození
- 5 permanentní poškození
- 4 rostlina zakrňuje
- 3 těžká poškození
- 2 velmi těžká poškození
- 1 rostlina odumírá nebo neklíčí.

Selektivní herbicidní účinek se projevuje, jestliže při totéž aplikovaném množství vykazuje kulturní rostlina hodnocení podle stupnice 6 až 9, zatímco plevel vykazuje poškození podle stupnice 1 až 4.

Výsledky jsou shrnuty v dále uvedené tabulce:

Sloučenina č.		1		4		6		10		13		37	
Aplikované množství g/ha		500	250	500	250	500	250	500	250	500	250	500	250
rostlina													
pšenice													
Alopecurus myosuroides	9	9	7	8	8	8	8	7	8	6	8	8	8
Echinochloa crus galli	2	3	2	2	3	4	4	1	3	1	1	2	4
Cyperus esculentus	3	4	4	4	4	3	4	2	4	1	2	2	2
Abutilon sp.	3	4	3	4	4	3	3	3	3	1	1	1	1
Xanthium spinosum	1	2	2	2	3	3	3	1	2	1	1	2	3
Chenopodium album	2	3	1	3	4	4	4	3	4	2	2	2	3
Ipomoea purpurea	2	2	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Sinapis alba	2	2	2	3	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Galium aparine	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Viola tricolor	4	4	2	2	1	2	3	2	3	3	4	2	3
	3	3	2	2	1	1	2	2	2	1	1	2	2

P ř í k l a d 20

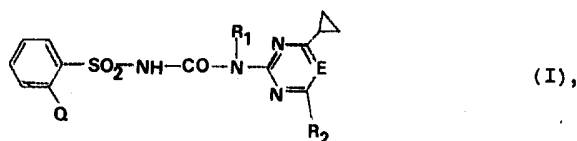
Herbicidní účinek při aplikaci po vzejití rostlin (kontaktní účinek)

Řada plevelů a kulturních rostlin a to jak jednoděložných tak i dvojděložných se po vzejití, ve stadiu 4 až 6 listů postřiká vodnou disperzí účinné látky při aplikovaném množství 4 kg účinné látky na 1 ha a poté se rostliny udržují ve skleníku při teplotě 24 až 26 °C a při 45 až 60% relativní vlhkosti vzduchu. 15 dnů po ošetření se pokus vyhodnotí a stav rostlin se hodnotí podle shora uvedené stupnice.

Výsledky tohoto testu jsou shrnuty v následující tabulce:

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že vedle nosných látek nebo/a dalších přísad obsahuje jako účinnou složku alespoň jednu N-fenylsulfonyl-N'-triazinylmočovinu nebo N-fenylsulfonyl-N'-pyrimidinylmočovinu obecného vzorce I



v němž

- E znamená atom dusíku nebo methinovou skupinu $-\text{CH}=\text{}$,
 Q znamená atom vodíku, atom halogenu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylthio skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkylthio skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, halogenalkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, halogenalkenyloxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkoxyalkoxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxy skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkenylthio skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkenylsulfinylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, alkoxykarbonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkoxylové části, karbamoylovou skupinu nebo nitroskupinu,
 R₁ znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu,
 R₂ znamená halogen, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylthio skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, aminoskupinu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylech, cyklopropylovou skupinu, nebo alkoxyalkylovou skupinu se 2 až 6 atomy uhlíku.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu N-fenylsulfonyl-N'-triazinylmočovinu nebo N-fenylsulfonyl-N'-pyrimidinylmočovinu obecného vzorce I, v němž E, Q a R₁ mají význam uvedený v bodě 1, a R₂ znamená halogen, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, aminoskupinu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylech nebo cyklopropylovou skupinu.

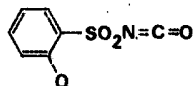
3. Způsob výroby účinné složky podle bodu 1, obecného vzorce I, vyznačující se tím, že se na amin obecného vzorce V



v němž

R₁ a R₂ a E mají význam uvedený v bodě 1, působí v inertním organickém rozpouštědle a popřípadě v přítomnosti báze fenylsulfonylisokyanátem obecného vzorce VIa

(VIa)



v němž

Q má význam uvedený v bodě 1.

4. Způsob výroby účinné složky podle bodu 2, obecného vzorce I, vyznačující se tím, že se na amin obecného vzorce V, v němž R_1 a E mají význam uvedený v bodě 1 a R_2 má význam uvedený v bodě 2, působí v inertním organickém rozpouštědle a popřípadě v přítomnosti báze fenylsulfonylsokyanátem obecného vzorce VIa, v němž Q má význam uvedený v bodě 1.