

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

207781
(11) (B2)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 01 03 79

(21) (PV 1387-79)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 02 03 78
(78 06577) Francie

(40) Zveřejněno 15 09 80

(45) Vydáno 15 03 84

(51) Int. Cl.³

A 01 N 4/22 43/36 07m
C 07 D 207/26

(72)

Autor vynálezu

CLAPOT CLAUDE, RENAUD DANIEL, OULLINS a BORROD GUY,
VILLEURBANNE (Francie)

(73)

Majitel patentu

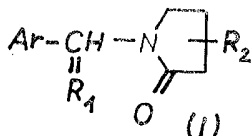
PHILAGRO, LYON (Francie)

(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinných látek

1

Vynález se týká nových derivátů pyrrolidin-2-onu, způsobu jejich výroby a herbicidních prostředků obsahujících tyto sloučeniny jako účinné látky.

Účinné sloučeniny podle vynálezu odpovídají obecnému vzorci I,



ve kterém

Ar znamená fenylový zbytek, popřípadě substituovaný 1 nebo 2 stejnými nebo rozdílnými substituenty, vybranými ze skupiny zahrnující atomy halogenů, alkylové skupiny s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupiny s 1 až 4 atomy uhlíku a trifluormethylovou skupinu,

R₁ představuje alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku a

R₂ znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu.

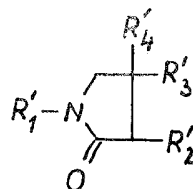
Všechny sloučeniny obecného vzorce I obsahují asymetricky substituovaný atom uhlíku v α-poloze zbytku Ar. Všechny tyto

2

sloučeniny mohou tedy existovat ve dvou stereoisomerních formách (optických antipodech), z nichž jedna, označovaná v následujícím textu D(+), má D-konfiguraci a je pravotočivá (při měření prováděném za uvedených podmínek), a druhá, označovaná L(-), má L-konfiguraci a je levotočivá. D(+) a L(-) formy sloučenin obecného vzorce I, jakož i opticky aktivní nebo racemické směsi těchto D(+) a L(-) forem spadají rovněž do rozsahu vynálezu. V následujícím textu budou racemické sloučeniny označovány symbolem (D,L).

V literatuře byly již popsány různé deriváty pyrrolidin-2-onu, přičemž pro některé z těchto sloučenin byly popsány herbicidní vlastnosti.

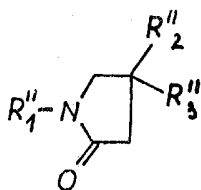
Tak v německém patentovém spisu číslo 1 262 277 jsou popsány sloučeniny použitelné jako meziprodukty pro přípravu farmaceuticky upotřebitelných látek, barviv a insekticidů, kteréžto sloučeniny odpovídají obecnému vzorci



ve kterém jednotlivé symboly R_1' , R_2' , R_3' a R_4' představují vždy atom vodíku nebo alkylovou, cykloalkylovou, aralkylovou nebo arylovou skupinu obsahující nejvýše 8 atomů uhlíku.

Tento velmi rozsáhlý vzorec zahrnuje veliký počet sloučenin, příklady uvedené v tomto německém patentovém spisu se však týkají pouze těch sloučenin, v nichž R_1' znamená atom vodíku, methylovou, fenylovou nebo p-tolylovou skupinu, kteréžto látky nespádají do obecného vzorce uvedeného v projednávané přihlášce vynálezu.

V DOS č. 1 925 198 jsou chráněny herbicidně účinné sloučeniny odpovídající obecnému vzorci



ve kterém

R''_1 znamená popřípadě substituovanou alkylovou skupinu, alkenylovou, aralkylovou, alkylencykloalkylovou, cykloalkylovou nebo alkoxyalkylovou skupinu,

R''_2 představuje krotýlovou, butylovou, isopentylovou nebo isopentylovou skupinu a

R''_3 má stejný význam jako R''_2 nebo znamená atom vodíku nebo R''_3 spolu s R''_2 tvoří cyklohexylovou skupinu.

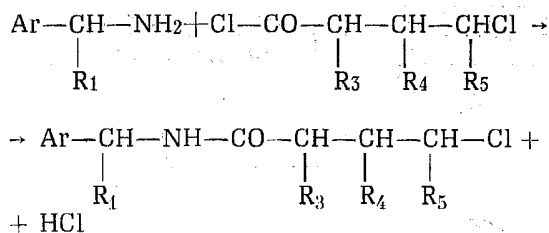
Tento DOS se týká hlavně N-cykloalkylpyrrolidin-2-onů, lišících se od sloučenin podle vynálezu. Jedinými N-aralkylderiváty zmíněnými v tomto DOS jsou N-benzyl-3-krotýlpyrrolidin-2-on a N-benzyl-3-butylypyrrolidin-2-on, kteréžto sloučeniny nespádají do rozsahu obecného vzorce uvedeného v projednávaném vynálezu a pro které nejsou ve výše citovaném DOS doloženy žádné herbicidní vlastnosti.

Nyní bylo zjištěno, že v případě derivátů 1-benzylpyrrolidin-2-onu vede přítomnost alkylového substituentu s 1 až 3 atomy uhlíku na uhlíkovém atomu v α -poloze benzylového zbytku k výraznému zlepšení herbicidní účinnosti a že (D,L)-1-(α -alkylbenzyl)pyrrolidin-2-ony podle vynálezu tedy obecně vykazují herbicidní účinnost, která je výrazně vyšší než účinnost homologických 1-benzylpyrrolidin-2-onů.

Sloučeniny podle vynálezu se připravují postupem obsahujícím následující reakční stupně:

Stupeň 1

Reakce γ -chloralkanoylchloridu s aminem níže uvedeného obecného vzorce III podle následujícího reakčního schématu:



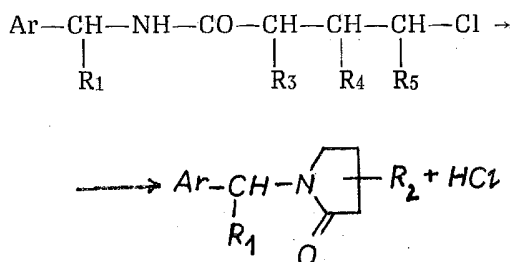
(III)

v němž jeden ze symbolů R_3 , R_4 a R_5 znamená methylovou skupinu a zbývající z těchto symbolů představují atomy vodíku.

Tato reakce se provádí při teplotě mezi 0 a 50 °C ve vodném organickém prostředí, jako ve směsi vody a methylenchloridu, v přítomnosti anorganické báze působící jako akceptor chlorovodíku. Zmíněná reakce se s výhodou uskutečňuje při teplotě mezi 0 a 25 °C v přítomnosti hydroxidu sodného.

Stupeň 2

Cyklizace sloučeniny získané v předcházejícím reakčním stupni podle následujícího reakčního schématu:



v němž Ar, R_1 , R_3 , R_4 a R_5 mají shora uvedený význam a R_2 má stejný význam jako v obecném vzorci I.

Tato reakce se provádí při teplotě zhruba mezi 30 a 100 °C ve vodném organickém prostředí, jako například ve směsi vody a methylenchloridu, v přítomnosti katalyzátoru tvořeného anorganickou bází ve formě koncentrovaného vodného roztoku například hydroxidem sodným.

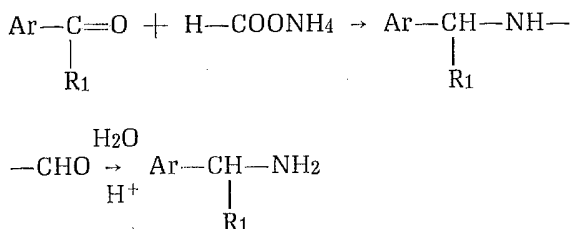
Jako katalyzátory fázového přenosu je možno použít příslušné katalyzátory typu kvartérních amoniových sloučenin, jako látky popsané v Rosz. Chem. **39**, str. 1 223, 1965. V praxi se dosahuje dobrých výsledků za použití benzyltriethylamoniumchloridu jako katalyzátoru.

D(+)- nebo L(-) isomery všech sloučenin obecného vzorce I je možno připravit podle výše popsaného obecného postupu s tím, že se vyjde vždy z D(+)- nebo L(-)-aminu odpovídajícího obecnému vzorci III, kterýžto amin se získá rozštěpením odpovídajícího (D,L)-aminu za použití L(-)-jablečné kyseliny a D(+)-vinné kyseliny, v souladu s postupem popsaným v Org. Synth. Coll. Volume 2, str. 459 (francouzské vydání).

Většina [D,L]-aminů obecného vzorce III je známa. Tyto sloučeniny je možno připravit některým z následujících postupů A, B a C, které jsou o sobě známé.

Postup A

Reakce mravenčanu amonného s příslušným ketonem, s následující hydrolýzou vzniklého produktu v kyselém prostředí podle následujícího reakčního schématu:

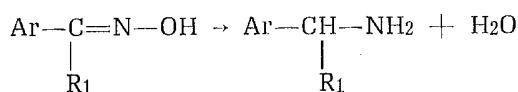


v němž Ar a R₁ mají stejný význam jako v obecném vzorci I.

Tato reakce, nazývaná rovněž Leuckardtovou reakcí, je popsána v Org. React. sv. 5, str. 301 (1962).

Postup B

Redukce oximu podle následujícího reakčního schématu:

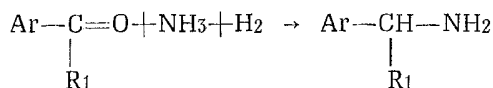


v němž Ar a R₁ mají shora uvedený význam.

Jako redukční činidlo se používá buď sodík v prostředí alkoholu (Acta Pharm. Suecica 5, str. 429, 1968), nebo vodík v přítomnosti Raney-niklu (Bull. Soc. Chim. France (5), 4, str. 1121, 1937).

Postup C

Aminace a redukce ketonu podle následujícího reakčního schématu:



v němž Ar a R₁ mají shora uvedený význam.

Reakce se provádí v přítomnosti Raney-niklu, podle postupu popsaného v Compt. Rend. Acad. Sci. 207, str. 345 (1938).

Přípravu a vlastnosti sloučenin podle vynálezu ilustrují následující příklady, jimiž se však rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje.

Příklad 1

Příprava (D,L)-1-(2'-methoxy- α -methylbenzyl)pyrrolidin-2-onu (sloučenina č. 1)

Do dvoulitrové tříhrdlé baňky s kulatým dnem, opatřené mechanickým míchadlem, přikapávací nálevkou o objemu 250 ml, termoměrem a zpětným chladičem, s předloží 151 gramů (1 mol) o-methoxy- α -methylbenzylaminu, 400 ml methylenchloridu a 1,1 mol hydroxidu sodného (peletky) v 500 ml vody. Směs se za energického míchání ochladí v ledu zhruba na 5 °C, načež se k ní přikape roztok 145,5 g (1 mol) 4-chlorbutyrylchloridu (čistota 97 %) ve 100 ml methylenchloridu takovou rychlostí, aby se teplota reakční směsi pohybovala mezi 5 a 10 °C.

Po skončeném přidávání se reakční směs 15 minut intenzivně míchá, načež se vylije do dvoulitrové dělicí nálevky a izoluje se pouze methylenchloridová vrstva.

Shora získaný methylenchloridový roztok se přenesse do dvoulitrové tříhrdlé baňky s kulatým dnem, obsahující 11,4 g (0,05 mol) benzyltriethylamoniumchloridu, k němuž bylo rychle přidáno 400 g (5 mol) hydroxidu sodného ve formě 50% vodného roztoku. Směs se důkladně promíchá a pak se 2 hodiny zahřívá k varu pod zpětným chladičem (44 °C). Podle plynové chromatografie je po této době reakce ukončena. Po ochlazení ve vodní lázni se k reakční směsi přidá 400 ml vody, čímž se chlorid sodný rozpustí a dojde k odělení fází.

Reakční směs se přenesse do dvoulitrové dělicí nálevky, methylenchloridová fáze se oddělí, vodná fáze se extrahuje 200 ml methylenchloridu a tento extrakt se spojí s hlavní organickou fází. Organická vrstva se promyje nejprve 200 ml 1N kyseliny chlorovodíkové a pak třikrát vždy 200 ml vody. Po vysušení a odpaření k suchu se získá 206 g surového produktu, který se vyčistí destilací.

Získá se 196 g (D,L)-1-(2'-methoxy- α -methylbenzyl)pyrrolidin-2-onu, který má následující charakteristiky:

teplota varu: 125 °C/33,3 Pa:

$n_D^{20} = 1,543$.

Elementární analýza:

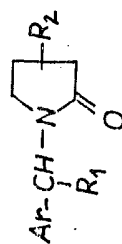
vypočteno: C 71,23 %, H 7,76 %, N 6,39 %;

nalezeno: C 71,61 %, H 7,96 %, N 6,15 %.

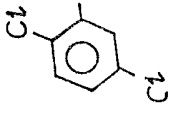
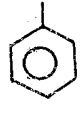
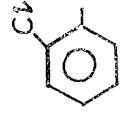
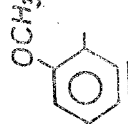
Výtěžek činí 89,5 %.

Příklad 2

Postupem popsaným v příkladu 1 se za použití příslušných výchozích látek získají sloučeniny č. 2 až 15, jejichž fyzikálně-chemické charakteristiky jsou uvedeny v následující tabulce. V této tabulce znamená t. v. teplotu varu a t. t. teplotu tání.



sloučenina č.	konfigurační	Ar	R ₁	R ₂	empirický vzorec	fyzikální konstanty	výtěžek (%)	elementární analýza vypočteno	nalezeno
2	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₂ H ₁₅ NO	n _D ²⁰ = 1,545	56,7	C% 76,19 H% 7,94 N% 7,41	74,42 7,97 7,18
3	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₂ H ₁₄ ClNO	t. v. 125 až 126 °C/ /6,7 Pa	60,1	C% 64,43 H% 6,26 N% 6,26	64,31 6,24 6,12
4	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₂ H ₁₄ ClNO	n _D ²⁰ = 1,556	63,9	C% 64,66 H% 6,26 N% 6,26	63,63 6,35 6,39
5	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₂ H ₁₄ FNO	n _D ²⁰ = 1,526	72,5	C% 69,56 H% 6,76 N% 6,76	69,21 6,98 6,92
6	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₃ H ₁₇ NO	n _D ²⁰ = 1,540	62,1	C% 76,85 H% 8,37 N% 6,90	76,36 8,39 6,52
7	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₅ H ₂₁ NO ₂	n _D ²⁰ = 1,530 t. v. 122 °C/6,7 Pa	76,2	C% 72,87 H% 8,50 N% 5,67	72,64 8,51 5,71
8	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₃ H ₁₄ F ₃ NO	n _D ²⁰ = 1,490 t. v. 108 °C/1,3 Pa	77	C% 60,70 H% 5,45 N% 5,43	60,93 5,58 5,46

Slouč- ni na č.	konfigu- rác e	Ar	R ₁	R ₂	empirický vzorec	fyzikální konstanty	výtěžek [%]	elementární analýza	
								vypočteno	nalezeno
9	(D,L)		CH ₃	H	C ₁₂ H ₁₃ Cl ₂ NO	n _D ²⁰ = 1,568 t. v. 132 °C/4 Pa	64	C% 55,81 H% 5,04 N% 5,43	55,72 5,30 5,19
10	(D,L)		—C ₂ H ₅	H	C ₁₃ H ₁₇ NO	n _D ²³ = 1,534	64	C% 76,85 H% 8,37 N% 6,90	76,64 8,31 6,78
11	(D,L)		—CH— (CH ₃) ₂	H	C ₁₄ H ₁₉ NO	n _D ²⁰ = 1,530	66	C% 77,42 H% 8,76 N% 6,45	76,68 8,75 6,32
12	(D,L)		—CH ₃	3-CH ₃	C ₁₃ H ₁₇ NO	n _D ²⁰ = 1,532 t. v. 110 °C/2 Pa	65,5	C% 76,85 H% 8,37 N% 6,90	76,66 8,49 6,81
13	(D,L)		—CH ₃	3-CH ₃	C ₁₃ H ₁₃ ClNO	n _D ²⁰ = 1,646 t. v. 128 °C/4 Pa	72	C% 65,68 H% 6,74 N% 5,89	65,74 6,93 5,74
14	(D,L)		—CH ₃	3-CH ₃	C ₁₄ H ₁₉ NO ₂	n _D ²⁰ = 1,536 t. v. 130 až 132 °C/ /6,7 Pa	49	C% 72,10 H% 8,15 N% 6,01	71,24 8,23 5,98
15	(D,L)		—CH ₃	5-CH ₃	C ₁₃ H ₁₇ NO	n _D ²⁰ = 1,537 t. v. 120 °C/16 Pa	49	C% 76,85 H% 8,37 N% 6,90	75,82 8,45 6,31

Příklad 3

Příprava D(+)-1-(2'-methoxy- α -methylbenzyl)pyrrolidin-2-onu [sloučenina č. 1A, D(+)-optický isomer sloučeniny č. 1]

Sloučenina č. 1A se připraví postupem popsaným v příkladu 1, za použití 4-chlorbutyryloylchloridu a D(+)-o-methoxy- α -methylbenzylaminu o optické rotaci $[\alpha]_D^{20} = +37^\circ$ (bez rozpouštědla) jako výchozích látek. Tento výchozí amin se získá rozštěpením (D,L)-o-methoxy- α -methylbenzylaminu postupem popsaným v Org. Synth. Coll. Volume 2, str. 459, francouzské vydání.

Takto získaná sloučenina č. 1A má následující fyzikální charakteristiky:

$[\alpha]_D^{20} = +90^\circ$ ($c = 0,1$, bezvodý ethanol);
optická čistota: 90 %;
 $n_D^{20} = 1,5492$;
teplota varu: $120^\circ\text{C}/6,7\text{ Pa}$.

Elementární analýza:

vypočteno: C 71,23 %, H 7,76 %, N 6,39 %;

nalezeno: C 70,25 %, H 7,82 %, N 6,35 %.

Příklad 4

Příprava D(+)-1-(α -methylbenzyl)pyrrolidin-2-onu [sloučenin č. 2A, D(+)-isomer sloučeniny č. 2]

Opakuje se postup popsaný v předchozím příkladu s tím, že se tam použitý benzylamin nahradí komerčním D(+)- α -methylbenzylaminem o optické rotaci $[\alpha]_D^{20} = +39^\circ$ (bez rozpouštědla).

Takto získaná sloučenina č. 2A má následující charakteristiky:

$[\alpha]_D^{20} = +19,5^\circ$ ($c = 0,1$, bezvodý ethanol),
teplota varu: $108^\circ\text{C}/8\text{ Pa}$.

Elementární analýza:

vypočteno: C 76,19 %, H 7,94 %, N 7,41 %;

nalezeno: C 75,46 %, H 8,09 %, N 7,38 %.

Příklad 5

Herbicidní účinnost při preemergentním ošetření užitkových rostlin a plevelů

Příslušný počet semen (volený podle druhu rostliny a velikosti semen) se zasije do misek o rozměrech $9 \times 9 \times 9\text{ cm}$, naplněných lehkou zemědělskou půdou.

Semena se překryjí vrstvou o tloušťce cca 3 mm.

Po zvlhčení půdy se misky ošetří postřikem kapalným preparátem v množství odpovídajícím objemu 500 litrů/ha a obsahujícím příslušnou dávku účinné látky.

Kapalný preparát se připraví zředěním emulgovatelného koncentrátu o následujícím složení (hmotnostní %):

testovaná účinná látka 20 %

emulgátor (kondenzační produkt nonylfenolu se 17 mol ethylenoxidu) 10 %

rozpouštědlo (xylen) 70 %

vodou na prostředek obsahující účinnou látku v požadované koncentraci. Při testech se účinné látky aplikují v dávkách v rozmezí od 1 kg do 8 kg účinné látky na hektar.

Ošetřené misky se vloží do koryt pro zavlazování misek otvory ve dně a udržují se 35 dnů při teplotě místnosti a 70 % relativní vlhkosti vzduchu.

Po 35 dnech se vyhodnotí stupeň poškození vzhledem k referenčním vzorkům pěstovaným za stejných podmínek a ošetřených pouze postřikem neobsahujícím účinnou látku.

K testům se používají následující užitkové rostliny a plevely:

Plevely:

oves hluchý (<i>Avena fatua</i>)	AF
rosička krvavá (<i>Digitaria sanguinalis</i>)	DS
ježatka kuří noha (<i>Echinochloa crus-galli</i>)	EC
jílek mnohokvětý (<i>Lolium multiflorum</i>)	LM
bér (<i>Setaria faberii</i>)	SF
psárka polní (<i>Alopecurus myosuroides</i>)	AM

Užitkové rostliny:

podzemnice olejná (<i>Arachis hypogea</i>)	AM
tuřín (<i>Brassica napus</i>)	BN
bavlník (<i>Gossypium barbadense</i>)	GB
fazol obecný (<i>Phaseolus vulgaris</i>)	PV
sója (<i>Glycine max</i>)	GM
slunečnice (<i>Helianthus annuus</i>)	HA
řepa (<i>Beta vulgaris</i>)	BV
kukuřice (<i>Zea mays</i>)	ZM
pšenice (<i>Triticum sativum</i>)	TS

Výsledky dosažené při shora popsaných testech jsou shrnuty do níže uvedeného přehledu. Výsledky jsou udávány v procentech poškození ošetřených rostlin v porovnání s neošetřenými referenčními rostlinami. Hodnota 100 znamená, že příslušná rostlina byla úplně zničena.

Příklad 6

Srovnávací pokus

V tomto pokusu se srovnává herbicidní účinnost níže uvedených sloučenin při preemergentní aplikaci v dávkách 1 a 2 kg/ha.

Jako účinné látky se používají:

	dávka (kg/ha)	AF	DS	plevelý		SF	AM
				EC	LM		
srovnávací látka	1	0	60	20	0	0	0
	2	0	85	80	50	30	60
sloučenina č. 1	1	60	70	90	90	40	90
	2	80	100	100	95	100	100

Z výše uvedeného srovnání vyplývá, že v případě derivátů 1-benzylpyrrolidin-2-onu vede přítomnost methylového substituentu na uhlíkovém atomu v α -poloze benzylového zbytku k velmi výraznému zlepšení herbicidní účinnosti.

Výsledky dosažené v příkladech 5 a 6 dokládají dobrou herbicidní účinnost sloučenin podle vynálezu.

Obecně lze říci, že zejména při preemergentním ošetření užitkových rostlin a plevelů vykazují sloučeniny podle vynálezu dobrou herbicidní účinnost proti travnatým plevelům a dobrou selektivitu vůči užitkovým rostlinám, jako jsou kukuřice, řepa, podzemnice olejná, tuřín, bavlník, fazol, sója a slunečnice. Vynikajících výsledků se dosahuje v případě (D,L)-1-(2'-methoxy- α -methylbenzyl)pyrrolidin-2-onu (sloučenina č. 1), který při preemergentní aplikaci v dávce 2 kg/ha úplně ničí rosičku krvavou, ježatku kuřínou, bér a psárku polní a vykazuje uspokojivou herbicidní účinnost proti ovsu hluchému a jílku mnohokvětému, přičemž je ve výše uvedené dávce dobře snášen většínou pokusných užitkových rostlin.

Vynikajících výsledků se dosahuje rovněž se sloučeninou č. 1A, která sestává převážně z D(+) isomeru 1-(2'-methoxy- α -methylbenzyl)pyrrolidin-2-onu spolu s malým množstvím L(−) isomeru téže sloučeniny.

Při herbicidním použití se dávky účinných látek podle vynálezu mohou pohybovat od 0,5 do 10 kg/ha, a to v závislosti na použité sloučenině, na druhu užitkové rostliny a na charakteru půdy. S výhodou se tyto dávky pohybují zhruba od 1 kg/ha do 6 kg/ha.

V praxi se sloučeniny podle vynálezu zřídka používají samostatně, ale nejčastěji tvoří součást prostředků obsahujících obecně, kromě účinné látky podle vynálezu, ještě nosič nebo/a povrchově aktivní činidlo, které je možno používat v zemědělství a které je s účinnou látkou kompatibilní.

Výrazem nosič se ve smyslu tohoto vynálezu označuje organický nebo anorganický přírodní nebo syntetický materiál, s nímž se účinná látka kombinuje k usnadnění své

1-(2'-methoxybenzyl)pyrrolidin-2-on (srovnávací látka) a

(D,L)-1-(2'-methoxy- α -methylbenzyl)pyrrolidin-2-on (sloučenina č. 1).

Používá se stejného testu jako v příkladu 5. Dosažené výsledky, vyhodnocované stejně jako v příkladu 5, jsou uvedeny v následujícím přehledu:

aplikace na rostliny, na jejich semena nebo na půdu nebo do půdy nebo k usnadnění svého transportu nebo manipulace. Nosič může být pevný (hlínky, přírodní nebo syntetické silikáty, pryskyřice, vosky, pevná hnojiva apod.) nebo kapalný (voda, alkoholy, ketony, ropné frakce, chlorované uhlovodíky a zkapalněné plyny).

Povrchově aktivním činidlem může být emulgátor, dispergátor nebo smáčedlo, přičemž tyto materiály mohou být ionogenní nebo neionogenní. Jako příklady zmíněných činidel je možno uvést soli polyakrylových kyselin a ligninsulfonových kyselin a kondenzační produkty ethylenoxidu s mastnými alkoholy, mastnými kyselinami nebo aminy mastné řady.

Prostředky podle vynálezu je možno vyrábět ve formě smáčitelných prášků, popraší, granulátů, roztoků, emulzí, emulgovatelných koncentrátů, suspenzních koncentrátů a aerosolů.

Smáčitelné prášky se obvykle připravují tak, aby obsahovaly od 20 do 95 % hmotnostních účinné složky a kromě pevného nosiče obvykle obsahují ještě 0 až 5 % hmotnostních smáčedla a od 3 do 10 % hmotnostních jednoho nebo několika stabilizátorů nebo/a jiných přísad, jako penetračních činidel, adheziv, činidel proti spékání, barviv apod. Jako příklad je možno uvést následující složení smáčitelného prášku:

účinná látka (sloučenina č. 1)	50 %
lignosulfonát vápenatý (deflokulační činidlo)	5 %
anionické smáčedlo	1 %
nespékavý kysličník křemičitý	5 %
kaolin (plnidlo)	39 %

Granuláty určené k aplikaci do půdy se obvykle vyrábějí tak, aby se velikost jejich částic pohybovala od 0,1 do 2 mm, a lze je připravovat aglomerací nebo impregnací.

Granuláty obecně obsahují od 0,5 do 25 % účinné látky a od 0 do 10 % hmotnostních dalších přísad, jako stabilizátorů, modifikátorů umožňujících pomalé uvolňování účinné látky, pojidel a rozpouštědel.

Emulgovatelné koncentráty, které je možno aplikovat postřikem, obvykle obsahují kromě rozpouštědla a popřípadě korozpouštědla 10 až 50 % (hmotnost/objem) účinné složky a 2 až 20 % (hmotnost/objem) vhodných přísad, jako stabilizátorů, penetračních činidel, inhibitorů koroze, barviv a adheziv.

Jako příklady se uvádí následující složení emulgovatelného koncentrátu, kde jednotlivá množství jsou vyjadřována v gramech na litr:

účinná látka (sloučenina č. 1)	400 g/litr
dodecylbenzensulfonát alkalického kovu	24 g/litr
kondenzační produkt nonylfenolu s 10 ml ethylenoxidu	16 g/litr
cyklohexanon	200 g/litr
aromatické rozpouštědlo — doplnit do 1 litru	

Suspenzní koncentráty, které lze rovněž aplikovat postřikem, se připravují tak, aby

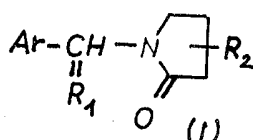
se získal stabilní produkt, z něhož se jednotlivé složky neusazují. Tyto suspenzní koncentráty obvykle obsahují 10 až 75 % hmotnostních účinné složky, 0,5 až 15 % hmotnostních povrchově aktivních činidel, 0,1 až 10 % hmotnostních thixotropních činidel, 0 až 10 % vhodných přísad, jako protipěnových přísad, inhibitorů koroze, stabilizátorů, penetračních činidel a adheziv, a jako nosič vodu nebo organickou kapalinu, v níž je účinná látka prakticky nerozpustná. Ve zmíněném nosiči mohou být rozpuštěny určité organické pevné látky nebo anorganické soli, kteréžto přísady mají za úkol napomáhat prevenci sedimentace nebo působit jako činidla proti zmrznutí vody.

Do rosahu vynálezu spadají rovněž vhodné disperze nebo vodné emulze, například prostředky získané zředěním smáčitelých prášků nebo emulgovatelných koncentrátů podle vynálezu vodou. Tyto emulze mohou být typu „voda v oleji“ nebo „olej ve vodě“ a mohou mít i hustou konzistenci, jako konzistenci majonézy.

Prostředky podle vynálezu mohou obsahovat i další přísady, například ochranné koloidy, adheziva nebo zahušňovačla, thixotropní činidla, stabilizátory nebo komplexotvorná činidla, jakož i další známé účinné látky vykazující pesticidní vlastnosti, zejména insekticidní nebo fungicidní vlastnosti.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek pro použití v zemědělství, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje účinné množství alespoň jednoho derivátu pyrrolidin-2-onu obecného vzorce I,



ve kterém

Ar znamená fenylový zbytek, popřípadě substituovaný 1 nebo 2 stejnými nebo rozdílnými substituenty vybranými ze skupiny zahrnující atomy halogenů, alkylové skupiny s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupiny s 1 až 4 atomy uhlíku a trifluormethylovou skupinu,

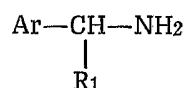
R₁ představuje alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku a

R₂ znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje opticky aktivní nebo racemickou směs optického isomeru s D(+) konfigurací a optického isomeru s L(−) konfigurací sloučeniny podle bodu 1.

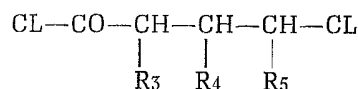
3. Prostředek podle bodu 2, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje [D,L]-1-(2'-methoxy-α-methylbenzyl)pyrrolidin-2-on.

4. Způsob výroby účinných látek podle bodu 1, vyznačující se tím, že se v prvním reakčním stupni amin obecného vzorce



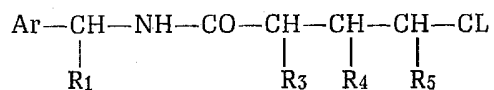
ve kterém

Ar a R₁ mají význam jako v bodě 1, nechá reagovat s γ-chloralkanoylchloridem obecného vzorce



ve kterém

jeden ze symbolů R₃, R₄ a R₅ znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu a zbývající z těchto symbolů představují atomy vodíku, za vzniku sloučeniny obecného vzorce



ve kterém

Ar, R₁, R₃, R₄ a R₅ mají shora uvedený význam, která se pak ve druhém reakčním stupni podrobí cyklizaci ve vodném organickém prostředí při teplotě mezi 30 a 100 °C, v pří-

tomnosti anorganické báze a katalyzátoru fázového přenosu.

5. Způsob podle bodu 4, vyznačující se tím, že se jako katalyzátoru fázového přenosu použije benzyltriethylamoniumchloridu.

6. Způsob podle bodu 4, vyznačující se tím, že se první reakční stupeň provádí ve vodném organickém prostředí v přítomnosti anorganické báze, při teplotě mezi 0 a 50 °C.