

2891/04.

**KÖZZÉTETELI
PÉLDÁNY**

1 1 0 0 0 0

69 022

Aril-oxi-benzol-származékok és ezeket tartalmazó herbicid készítmények

American Cyanamid Company, Wayne, NJ, US

A bejelentés napja: 1994. 10. 06.

Elsőbbsége: 1993. 10. 07. (08/133,698) US

KIVONAT

A találmány tárgya (I) általános képletű vegyületek - ahol a képletben

Ar jelentése (a) vagy (b) általános képletű csoport, ahol

M jelentése N vagy CZ;

X, Y és Z jelentése egymástól függetlenül hidrogén- vagy halogénatom, vagy alkil-, haloalkil-, haloalkoxi-, ciano-, nitro- vagy $S(O)_pR_7$ általános képletű csoport, azzal a megkötéssel, hogy X, Y és Z egyidejű nitrocsoport jelentése kizárt;

p értéke 0, 1 vagy 2;

R_7 jelentése alkil- vagy haloalkilcsoport;

R_6 jelentése alkilcsoport;

W és W_1 egymástól függetlenül O, S vagy NR_8 általános képletű csoport, ahol

R_8 jelentése hidrogénatom, vagy alkilcsoport,

m értéke 0 vagy 1;

R jelentése halogénatom, vagy nitro-, ciano-, alkil-szulfonil- vagy haloalkil-szulfonil-csoport;

R₁ jelentése hidrogén- vagy halogénatom, vagy nitrocsoport;

R₂ jelentése halogén- vagy hidrogénatom, vagy alkil- vagy haloalkilcsoport;

R₃ és R₄ egymástól függetlenül hidrogénatom, alkil- vagy haloalkilcsoport, vagy

R₃ és R₄ együttesen egy gyűrűt képezhet, amelyben R₃ és R₄ jelentése $-(CH_2)_q$ - általános képletű csoport, ahol q értéke 2, 3, 4 vagy 5;

n értéke 0, 1, 2, 3, 4 vagy 5;

R₅ jelentése többek között cianocsoport, C(O)R₉, C(Q)R₁₀, CH₂OC(O)R₁₁, CH₂OR₁₀, CH(OR₁₂)₂, általános képletű csoport,

R₉ jelentése többek között OH vagy NR₁₅R₁₆ általános képletű csoport;

Q jelentése O vagy NOC(R₃R₄)CO₂R₁₂ általános képletű csoport;

R₁₀ jelentése hidrogénatom vagy adott esetben alkoxicsoporttal szubsztituált alkilcsoport;

R₁₁ jelentése többek között hidrogénatom, alkil-, vagy adott esetben szubsztituált fenilcsoport;

R₁₂ jelentése alkilcsoport;
és

R₁₅ és R₁₆ jelentése többek között hidrogénatom, alkil- vagy adott esetben szubsztituált fenilcsoport.

A találmány tárgya továbbá fenti vegyületeket hatóanyagként tartalmazó herbicid készítmények.

PK.

2891/94.

A **KÖZZÉTETELI
PÉLDÁNY**

11865

Képviselő:

Danubia Szabadalmi és

Védjegy Iroda Kft.

Budapest

NS206 : A01N37110

A01N 43156

A01N 33106

A01N 43140

C07C 205138

C07C 317122

C07D 231120

Aril-oxi-benzol-származékok és ezeket tartalmazó herbicid készítmények

American Cyanamid Company, Wayne, NJ, US

Feltalálók:

CONDON E. Michael, Lawrenceville, NJ, US

CREWS D. Alvin Jr., Woorhees, NJ, US

A bejelentés napja: 1994. 10. 06.

Elsőbbsége: 1993. 10. 07. (08/133,698) US

Aktaszám: 80363-1846A-TEL/KmO

A gyomnövények óriási, az egész világra kiterjedő gazdasági veszteséget okoznak, mivel csökkentik a termés hozamot, és rontják a termés minőségét. Egyedül az Amerikai Egyesült Államokban a mezőgazdasági terményeknek a gyomnövény fajták százai-val kell versenyezni.

A kereskedelmi forgalomban hozzáférhető herbicidek ellenére a gyomok által a terményekben okozott kár még napjainkban is előfordul. Ennek megfelelően folyamatos kutatómunkára van szükség, abból a célból, hogy új, és az eddiginél hatásosabb herbicideket dolgozzunk ki.

Fentiek ismeretében a találmány egyik célkitűzése, hogy olyan vegyületeket szolgáltatasson, amelyek nemkívánatos növény fajták ellen hatásosak.

A találmány célkitűzése továbbá, hogy egy eljárást szolgáltatasson nemkívánatos növényfajták elpusztítására.

A találmány szerinti célkitűzéseket az alábbiakban ismertetett vegyületek és eljárás kidolgozásával valósítottuk meg.

A találmány tárgya herbicid szerként alkalmazható aril-oxi-benzol-származékok.

A találmány szerinti (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékok képletében

Ar jelentése (a) vagy (b) általános képletű csoport, ahol

M jelentése N vagy CZ;

X, Y és Z jelentése egymástól függetlenül hidrogén- vagy halogénatom, vagy 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkoxi-, ciano-, nitro- vagy $S(O)_pR_7$ általános képletű csoport, azzal a

megkötéssel, hogy X, Y és Z egyidejű nitrocsoporthoz tartozása kizárt;

p értéke 0, 1 vagy 2;

R₇ jelentése 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport;

R₆ jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;

W és W₁ egymástól függetlenül O, S vagy NR₈ általános képletű csoport, ahol

R₈ jelentése hidrogénatom, vagy 1 - 4 szénatomos alkilcsoport,

m értéke 0 vagy 1;

R jelentése halogénatom, vagy nitro-, ciano-, (1 - 4 szénatomos alkil)-szulfonil- vagy (1 - 4 szénatomos haloalkil)-szulfonil-csoport;

R₁ jelentése hidrogén- vagy halogénatom, vagy nitrocsoporthoz tartozása kizárt;

R₂ jelentése halogén- vagy hidrogénatom, vagy 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport;

R₃ és R₄ egymástól függetlenül hidrogénatom, 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport, vagy

R₃ és R₄ együttesen egy gyűrűt képezhet, amelyben R₃ és R₄ jelentése -(CH₂)_q- általános képletű csoport, ahol q értéke 2, 3, 4 vagy 5;

n értéke 0, 1, 2, 3, 4 vagy 5;

R₅ jelentése cianocsoport, C(O)R₉, C(Q)R₁₀, CH₂OC(O)R₁₁, CH₂OR₁₀, CH(OR₁₂)₂, N(R₁₀)SO₂R₁₃ általános képletű csoport vagy egy -CO₂R₁₁ általános képletű csoporttal szubsztituált 2 - 6 szénatomos alkenilcsoport;

- R_9 jelentése OH , OR_{14} , $NR_{15}R_{16}$ vagy $N(R_{10})SO_2R_{13}$ általános képletű csoport;
- Q jelentése O , $NOC(R_3R_4)CO_2R_{12}$ vagy NOR_{11} általános képletű csoport;
- R_{10} jelentése hidrogénatom vagy adott esetben 1 - 4 szénatomos alkoxicsoporttal szubsztituált 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;
- R_{11} jelentése hidrogénatom, 1 - 4 szénatomos alkil-, benzil- vagy adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált fenilcsoport;
- R_{12} jelentése 1 - 4 szénatomos alkil-, $-CH_2-CH_2-CH_2-$ vagy $-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-$;
- R_{13} jelentése 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil- vagy egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált fenilcsoport;
- R_{14} jelentése 1 - 6 szénatomos alkilcsoport, ami adott esetben szubsztituált halogénatommal, 1 - 4 szénatomos alkoxi-, (1 - 4 szénatomos alkil)-tio-, hidroxil-, 3 - 6 szénatomos cikloalkil-, furil- vagy fenilcsoporttal, amely fenilcsoport adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált,

3 - 6 szénatomos alkenilcsoport, ami adott esetben

szubsztituált halogénatommal, 1 - 4 szénatomos alkoxi-, 3 - 6 szénatomos cikloalkil- vagy fenilcsoporttal, amely fenilcsoport adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált;

3 - 6 szénatomos alkinilcsoport, ami adott esetben halogénatommal vagy 1 - 4 szénatomos alkoxicsoporttal szubsztituált,

3 - 6 szénatomos cikloalkilcsoport,

$-N=C(R_3R_4)$,

$-C(R_3R_4)CO_2R_{10}$ vagy

alkálifém-, alkáliföldfém-, mangán-, réz-, cink-, kobalt-, ezüst-, nikkel-, ammónium- vagy szerves ammónium-kation;

és

R_{15} és R_{16} jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, 1 - 4 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport, amely fenilcsoport adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált;

azzal a feltétellel, hogyha R jelentése halogénatom, R_1 jelentése hidrogénatom, W_1 jelentése NR_8 és n értéke 0, akkor R_5 jelentése $-C(O)NR_{15}R_{16}$ általános képletű csoporttól eltérő.

A találmány tárgyát képezik továbbá a találmány szerinti vegyületeket tartalmazó készítmények és a vegyületek, valamint a készítmények alkalmazására szolgáló eljárások is. Előnyösen úgy találtuk, hogy a találmány szerinti aril-oxi-benzol-származékok és ezeket tartalmazó készítmények hatásos herbicid szerek nemkívánatos növényfajták elpusztítására. A találmány szerinti vegyületek különösen nemkívánatos növényi fajták elleni posztemergens védekezésben alkalmazhatók.

A találmány szerinti eljárás során, a nemkívánatos növényfajták szabályozására, a növények levélzetére vagy a növény magvait vagy egyéb szaporító szervét tartalmazó talajra vagy vízbe a találmány szerinti (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékok herbicid hatásos mennyiségét alkalmazunk.

A találmány tárgya továbbá eljárás átültetett rizsben nemkívánatos növényfajták elpusztítására, mely eljárás során a magokat vagy egyéb szaporító szervet tartalmazó talajra vagy vízbe azután, hogy a rizst átültettük, herbicid hatásos mennyiségben egy találmány szerinti (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékot alkalmazunk.

A találmány szerinti aril-oxi-benzol-származékok az (I) általános képlettel jellemezhetők, ahol a képletben Ar, W, W₁, m, n, R, R₁, R₂, R₃, R₄ és R₅ jelentése a fentiekben az (I) általános képlet-nél megadottakkal azonos.

Előnyösek azok a találmány szerinti (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékok, amelyek képletében

Ar jelentése (a) vagy (b) általános képletű csoport,

M jelentése N vagy CZ;

X, Y és Z jelentése egymástól függetlenül hidrogén- vagy halogénatom, 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport vagy $-S(O)_pR_7$ általános képletű csoport;

p értéke 0, 1 vagy 2,

R_7 jelentése 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport;

R_6 jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;

W jelentése O vagy NH;

W_1 jelentése O;

m értéke 0 vagy 1;

R jelentése nitrocsoport,

R_1 jelentése hidrogén- vagy halogénatom vagy nitrocsoport,

R_2 jelentése hidrogénatom;

R_3 és R_4 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1 - 4 szénatomos alkilcsoport,

n értéke 0, 1, 2, 3, 4 vagy 5,

R_5 jelentése $C(O)R_9$;

R_9 jelentése OH vagy OR_{14} ; és

R_{14} jelentése 1 - 6 szénatomos alkil-, 3 - 6 szénatomos alkenil-, 3 - 6 szénatomos alkinil- vagy alkálifém-, alkáliföldfém-, ammónium- vagy tri(1-6 szénatomos alkil)-ammónium-kation.

A találmány szerinti (I) általános képletű vegyületek közül még előnyösebbek a (II) általános képlettel jellemezhető vegyületek, ahol a képletben

Ar jelentése (a') vagy (b) általános képletű csoport, ahol

Y jelentése halogénatom, CF_3 vagy $S(O)_pR_7$;

X jelentése hidrogén- vagy halogénatom;

Z jelentése halogénatom;

p értéke 0, 1 vagy 2;

R₇ jelentése 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport;

R₆ jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;

W jelentése O vagy NH;

m értéke 0 vagy 1,

R₃ és **R₄** jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;

n értéke 0 vagy 1;

R₉ jelentése OH vagy OR₁₄; és

R₁₄ jelentése 1 - 6 szénatomos alkilcsoport vagy alkálifém-, alkáliföldfém-, ammónium- vagy tri(1-6 szénatomos alkil)-ammónium-kation.

A találmány szerinti aril-oxi-benzol-származékok közül különösen hatásos herbicid szerek többek között a következők:

[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav;

{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

[o-{5-[(2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-benzoesav-metil-észter;

[o-[5-{[4-klór-1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

[p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-anilino}-fenoxi]-
-ecetsav-metil-észter;
{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-propil-
-észter;
[o-{2-nitro-5-[($\alpha,\alpha,\alpha,2$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-fenoxi}-fenoxi]-
-ecetsav-metil-észter;
[o-[5-[(1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il)-oxi]-2-nitro-fenoxi]-
-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;
[o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfinil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-
-ecetsav; és
[o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfinil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-
-ecetsav-metil-észter.

Leírásunkban halogénatom alatt fluor-, klór-, bróm- vagy jód-
atomot értünk. Leírásunkban „1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport”
alatt olyan 1 - 4 szénatomos alkilcsoportot értünk, ami egy vagy
több halogénatommal van szubsztituálva. A (I) és (II) általános
képletű vegyületekben az alkálifémek nátrium, kálium vagy lítium
lehetnek. A (I) és (II) általános képletű vegyületekben az
alkáliföldfém magnézium és kalcium lehet. Leírásunkban „szerves
ammónium” alatt olyan csoportot értünk, amely egy pozitívan töl-
tött nitrogénatomot tartalmaz, mely 1 - 4 alifás csoporthoz kapcso-
lódik, amely alifás csoportok mindegyike 1 - 16 szénatomos.

Úgy találtuk, hogy a találmány szerinti (I) általános képletű
vegyületek különösen posztemergens védekezésben alkalmazha-
tók hatásosan.

Az olyan (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékokat,
amelyek képletében R jelentése NO_2 , R_2 jelentése hidrogénatom,
W jelentése O és R_5 jelentése CO_2R_{14} , oly módon állíthatjuk elő,

hogy egy (III) általános képletű aril-3,4-dinitro-fenil-étert egy (IV) általános képletű szubsztituált fenollal és egy bázissal, mint például kálium-karbonáttal reagáltatunk. Ezt a reakciót az I. reakcióvázlaton mutatjuk be.

Az olyan (I) általános képletű herbicid hatású aril-oxi-benzol-származékokat, amelyek képletében R jelentése NO_2 , R_2 jelentése hidrogénatom, W és W_1 jelentése O, m értéke 1 és R_5 jelentése CO_2R_{14} , oly módon állíthatjuk elő, hogy egy (III) általános képletű aril-3,4-dinitro-fenil-étert egy (V) általános képletű metoxi-fenollal és egy bázissal, mint például kálium-karbonáttal reagáltatunk. A képződött (VI) általános képletű intermediert ezután bór-tri-bromiddal reagáltatjuk, majd a képződött (VII) általános képletű második intermediert egy (VIII) általános képletű halogén-alkil-karboxiláttal és egy bázissal, mint például kálium-karbonáttal reagáltatjuk, a kívánt bisz(aril-oxi)-benzol-származék előállítására. Ezt a reakciót a II. reakcióvázlaton mutatjuk be.

Egy másik lehetséges eljárás szerint a találmány szerinti (piridil-oxi)-(fenoxi)-benzol-származékokat oly módon állíthatjuk elő, hogy egy (IX) általános képletű 2-fluor-4-(metoxi-metoxi)-benzolt egy (X) általános képletű szubsztituált fenollal és egy bázissal, mint például kálium-karbonáttal reagáltatunk. Az ily módon képződött (XI) általános képletű intermediert ezután egy savval, mint például hidrogén-kloriddal reagáltatjuk, majd a kapott (XII) általános képletű intermediert egy (XIII) általános képletű szubsztituált piridinnel és egy bázissal, mint például kálium-karbonáttal reagáltatjuk a kívánt (piridil-oxi)-(fenoxi)-benzol-származék előállítására. Ezt a reakciót a III. reakcióvázlaton mutatjuk be.

Előnyösen bizonyos (I) általános képletű fenoxi-benzol-származékokat a IV. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatunk elő.

Hasonlóképpen az anilino-fenoxi-benzol-származékokat az V. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő.

Egyéb (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékokat oly módon állíthatunk elő, hogy 2,4-difluor-nitro-benzolt egy (X) általános képletű szubsztituált fenollal és egy bázissal, mint például kálium-karbonáttal reagáltatunk. A képződött (XIV) általános képletű intermediert ezután egy (XV) általános képletű hidroxil-aryl-származékkal és egy bázissal, mint például kálium-karbonáttal reagáltatunk a kívánt vegyület előállítására. Ezt a reakciót a VI. reakcióvázlaton mutatjuk be.

Egy másik lehetséges megoldás szerint bizonyos aril-oxi-benzol-származékokat a VII. reakcióvázlaton bemutatott reakcióval állíthatunk elő.

Az olyan (I) általános képletű vegyületeket, amelyek képletében W_1 jelentése NR_8 általános képletű csoport, a VIII. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő. Hasonlóképpen bizonyos (I) általános képletű fenoxi-benzol-származékokat a IX. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatunk elő.

Az olyan (I) általános képletű vegyületeket, amelyek képletében R_9 jelentése $NR_{15}R_{16}$ általános képletű csoport, a X. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő.

Hasonlóképpen az olyan (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékokat, amelyek képletében R_9 jelentése $N(R_{10})SO_2R_{13}$ általános képletű csoport, a XI. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő.

Az olyan (I) általános képletű vegyületeket, amelyek képletében R_5 jelentése $C(O)R_{10}$, a XII. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő.

Az olyan aril-oxi-benzol-származékokat, amelyek képletében R_5 jelentése $CH(OR_{12})_2$, CHO vagy $HC=NOR_{11}$, a XIII. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő.

Előnyösen az olyan (I) általános képletű vegyületeket, amelyek képletében R_5 jelentése cianocsoport, és n értéke 1, 2, 3, 4 vagy 5, a XIV. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő.

Az olyan aril-oxi-benzol-származékokat, amelyek képletében R_{10} jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport, ami adott esetben 1 - 4 szénatomos alkoxicsoporttal szubsztituált, és n értéke 1, 2, 3, 4 vagy 5, a XV. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatjuk elő.

Hasonlóképpen az olyan (I) általános képletű vegyületeket, amelyek képletében R_{11} jelentése 1 - 4 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport, ami adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoport, n értéke 1, 2, 3, 4 vagy 5, a XVI. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatók elő.

Az olyan aril-oxi-benzol-vegyületek, amelyek képletében R_5 jelentése 2 - 6 szénatomos alkenilcsoport, ami egy CO_2R_{11} általános képletű csoporttal szubsztituált, a XVII. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatók elő.

Egyéb olyan (I) általános képletű vegyületek, amelyek képletében R_9 jelentése OH, a XVIII. reakcióvázlaton bemutatott eljárással állíthatók elő.

Előnyösen az olyan (I) általános képletű vegyületek, amelyek képletében R_{14} jelentése alkálifém-, alkáliföldfém-, mangán-, réz-, cink-, kobalt-, ezüst-, nikkel-, ammónium- vagy szerves ammónium-kation, az olyan (I) általános képletű vegyületekből a technika állásában járatos szakemberek számára hagyományos eljárásokkal állíthatók elő, amelyek képletében R_9 jelentése OH.

A találmány szerinti (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékok hatásos herbicid szerek, és alkalmazhatók nemkívánatos növényfajták számos változatának a szabályozására, illetve elpusztítására.

Ezek a vegyületek hatásosan alkalmazhatók mind száraz, mind nedves termőtalajon honos gyomnövények szabályozására. A találmány szerinti vegyületek mint vízi herbicidek is hatásosak, és hatásosan alkalmazhatók a fent említett növények szabályozására levélzet permetezéssel vagy a magvakat vagy egyéb szaporító szerveket, mint például indákat, gumókat vagy rizómákat tartalmazó talaj vagy víz kezelésével, 0,016 - 4,0 kg/ha, előnyösen 0,125 - 4,0 kg/ha dózisban.

Úgy találtuk, hogy a találmány szerinti vegyületek hatásosak nemkívánatos növényfajták, beleértve az átültetett rizskultúra gyomnövényeinek a szabályozására, illetve elpusztítására. A vegyületeket alkalmazhatjuk az átültetett rizsnövényeket, valamint a különböző gyomnövény fajták magvait vagy egyéb szaporító szerveit tartalmazó talajra vagy vízre.

A találmány szerinti vegyületek különösen alkalmas széles hatásspektrumú herbicidek, különösen a gyomnövények helyén posztemergens alkalmazásban. Mindazonáltal megemlítjük, hogy bizonyos találmány szerinti vegyületek szelektív hatásúak. Valójában néhány találmány szerinti vegyület szelektíven hatásos bizonyos terményekben, mint például szójababban, kukoricában és rizsben.

A találmány szerinti vegyületek hatásosan alkalmazhatók önmagukban nemkívánatos növényfajták szabályozására, mindazonáltal megemlítjük, hogy ezeket a vegyületeket alkalmazhatjuk kombinációban is, egyéb biológiai vegyszerekkel, beleértve az egyéb herbicideket is.

A találmány szerinti (I) általános képletű vegyületeket alkalmazhatjuk a terményekben szilárd vagy folyékony herbicid készítmények formájában, amely készítmények herbicid hatásos mennyiségben egy (I) általános képletű vegyületet tartalmaznak egy inert szilárd vagy folyékony hordozóanyagban diszpergálva vagy feloldva. A készítményeket alkalmazhatjuk mind preemergens, mind posztemergens kezelésekben.

Előnyösen a találmány szerinti (I) általános képletű vegyületeket emulgeálható koncentrátumok, nedvesíthető porok, granulált készítmények, folyóképes koncentrátumok formájában készíthetjük el.

A találmányt közelebbről a következő példákban mutatjuk be. A példákban általában a fenti reakcióvázlatokra hivatkozunk, és a fentiekben részletesen nem bemutatott vegyületeket is közelebbről bemutatunk. A példákat csupán a találmány illusztrálására mutatjuk be a korlátozás igénye nélkül.

1. Példa**2-[p-{5-[(2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-6-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-propionsav-metil-észter előállítása**

Az előállítást az 1p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

5,0 g (0,013 mól) 2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil-3,4-dinitro-fenil-étert, 5,15 g (0,026 mól) 2-(p-hidroxi-fenoxi)-propionsav-metil-észtert, 3,6 g (0,026 mól) kálium-karbonátot és acetonitrilt tartalmazó reakcióelegyet 18 órán át, visszafolyató hűtő alkalmazásával forralunk, majd szobahőmérsékletre hűtünk, és ezután vízbe öntünk, majd a vizes oldatot trietil-éterrel extraháljuk. A szerves fázist sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük és vákuum alkalmazásával koncentrálnak. A maradékot oszlopkromatográfiás módszerrel szilikagél és eluensként diklór-metánt alkalmazva kromatografáljuk. Olajos anyagot kapunk, amit dietil-éterben feloldunk, majd az oldatot telített nátrium-hidrogén-karbonát-oldattal, majd vízzel mossuk. Az éteres oldatot vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, majd vákuum alkalmazásával bepároljuk. 1,6 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű olajos anyag formájában, amit $^1\text{HNMR}$ - és $^{13}\text{CNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de a megfelelően helyettesített étert és fenolt alkalmazva a következő (I_1) általános képletű vegyületeket kapjuk:

Az (I_1) általános képletű vegyületek jellemzői

X	R ₁₇	Op. °C
F	2-CO ₂ CH ₃	108-110
F	4-CO ₂ CH ₃	140-142

X	R ₁₇	Op. °C
F	3-CO ₂ CH ₃	sárga folyadék
H	2-(CH ₂) ₂ CO ₂ CH ₃	színtelen olaj
F	2-(CH ₂) ₂ CO ₂ CH ₃	sárga olaj

2. Példa

4-[(2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-(p-metoxi-fenoxi)-1-nitro-benzol előállítása

Az előállítást a 2p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

10,0 g (0,026 mól) 2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil-3,4-dinitro-fenil-étert, 6,45 g (0,052 mól) 4-metoxi-fenolt, 7,26 g (0,052 mól) kálium-karbonátot és acetonitrilt tartalmazó reakcióelegyet 18 órán át, visszafolyató hűtő alkalmazásával forralunk, majd ezután szobahőmérsékletre hűtünk. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük és etil-acetáttal extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük és ezután vákuum alkalmazásával koncentrálnak. Az olajos anyagot szilikagéllal töltött kromatográfiás oszlopon kromatografáljuk, eluensként éter/hexán (1:4) elegyet alkalmazva. 3,0 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű olajos anyag formájában, amit ¹HNMR- és ¹³CNMR-analízissel azonosítottunk.

Ugyanezzel az eljárással, de a megfelelően helyettesített éter és fenol alkalmazásával a következő (I₂) általános képletű vegyületeket kapjuk.

Az (I₂) általános képletű vegyületek jellemzői

X	Y	R ₁	R ₁₇	Op. °C
F	CF ₃	H	2-OCH ₃	-
F	CF ₃	H	3-OCH ₃	-
H	Cl	H	4-OCH ₃	sárga olaj
H	Cl	H	3-OCH ₃	narancssárga olaj
H	Cl	H	2-OCH ₃	narancssárga olaj
H	Cl	F	2-OCH ₃	117-118
H	Cl	Cl	2-OCH ₃	143-143,4

3. Példa

p-{5-[(2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}- -fenol előállítása

Az előállítást a 3p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

12,4 g (0,027 mól) 4-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-(p-metoxi-fenoxi)-1-nitro-benzolt és diklór-metánt tartalmazó oldatot -78 °C hőmérsékletre lehütünk, majd 68 ml 1 mólos bór-tribromid diklór-metános oldatot (0,068 mól) adunk hozzá, és a kapott reakcióelegyet -78 °C hőmérsékleten 2 órán át kevertetjük, majd szobahőmérsékletre hagyjuk felmelegedni, és ezután tört jégre öntjük. Miután a jég megolvadt, a fázisokat elválasztjuk, és a vizes fázist diklór-metánnal extraháljuk. A szerves fázist egyesítjük a szerves extraktumokkal, és a kapott szerves oldatot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük. Az oldatba 5 g szilikagél adunk, és az így kapott elegyet vákuum

alkalmazásával koncentráljuk. Barna színű porszerű anyagot kapunk, amit flash-kromatográfiás oszlopban lévő szilikagél tetejére helyezünk, és éter/hexán (1:1) eleggyel eluálunk. 7,5 g cím szerinti vegyületet kapunk, barna színű olajos anyag formájában, amit ^1H NMR- és ^{13}C NMR-analízissel azonosítottunk.

Ugyanezzel az eljárással, de a 4-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-(p-metoxi-fenoxi)-1-nitro-benzol helyett a megfelelően helyettesített éter és fenol alkalmazásával a következő (I_3) általános képletű vegyületeket kapjuk.

Az (I_3) általános képletű vegyületek jellemzői

X	Y	R ₁	R ₁₇	Op. °C
F	CF ₃	H	2-OH	-
F	CF ₃	H	3-OH	-
H	Cl	H	4-OH	136-138
H	Cl	H	3-OH	145,4-145,9
H	Cl	H	2-OH	102,7-103,7
H	Cl	F	2-OH	180-181
H	Cl	Cl	2-OH	103-130,5

4. Példa

[p-{5-[(2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 4p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

2,0 g (4,5 mmól) p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenolt, 1,38 g (9,0 mmól) bróm-ecetsav-metil-észtert, 1,24 g (9,0 mmól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet szobahőmérsékleten, 3 napon át kevertetünk, majd jégre öntünk és dietil-éterrel

extrahálunk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük és ezután vákuum alkalmazásával koncentráljuk. Sárga színű olajos anyagot kapunk, amit szilikagéllel töltött kromatográfiás oszlopon kromatografálunk, eluensként 30 térfogat% dietil-étert tartalmazó hexán oldat alkalmazásával. 1,0 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű olajos anyag formájában, amit ^1H NMR- és ^{13}C NMR-analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de a megfelelően helyettesített fenolt és alkilezőszert alkalmazva a következő (I_4) általános képletű vegyületeket kapjuk:

Az (I_4) általános képletű vegyületek jellemzői

X	Y	R ₁	R ₁₇	Halmazállapot/Op. (°C)
F	CF ₃	H	3-OCH(CH ₃)CO ₂ CH ₃	sárga olaj
H	Cl	H	4-O(CH ₂) ₄ CO ₂ CH ₃	sárga olaj
F	CF ₃	H	2-OCH(CH ₃)CO ₂ CH ₃	sárga olaj
F	CF ₃	H	3-OCH ₂ CO ₂ CH ₃	színtelen olaj
F	CF ₃	H	2-OCH ₂ CO ₂ CH ₃	sárga olaj
F	CF ₃	H	2-O(CH ₂) ₃ CO ₂ CH ₃	sárga olaj
H	Cl	H	4-OCH ₂ CO ₂ CH ₂ CH ₃	sárga olaj
H	Cl	H	3-OCH ₂ CO ₂ (CH ₂) ₂ CH ₃	sárga olaj
H	Cl	H	2-OCH ₂ CO ₂ CH ₂ CH ₃	sárga olaj
H	Cl	H	3-OCH ₂ CO ₂ CH ₂ CH ₃	narancssárga olaj
H	Cl	H	2-OCH ₂ CO ₂ (CH ₂) ₂ CH ₃	sárga olaj
H	Cl	H	3-OCH ₂ CO ₂ CH ₃	narancssárga olaj
H	Cl	H	4-OCH ₂ CO ₂ (CH ₂) ₂ CH ₃	sárga olaj
H	Cl	F	2-OCH ₂ CO ₂ CH ₃	sárga olaj

X	Y	R ₁	R ₁₇	Halmazállapot/Op. (°C)
H	Cl	Cl	2- OCH ₂ CO ₂ CH ₃	Op.: 139-139,7 °C

5. Példa

2-Fluor-4-(Metoxi-metoxi)-1-nitro-benzol előállítása

Az eljárást az 5p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

10,0 g (0,064 mól) 3-fluor-4-nitro-fenolt, 19,3 g (0,255 mól) dimetoxi-metánt, 6,0 g (0,083 mól) N,N-dimetil-formamidot és toluolt tartalmazó oldatot 65 °C hőmérsékletre melegítünk, majd 15,7 g (0,102 mól) foszfor(V)-triklorid-oxidot csepegtetünk hozzá, majd a kapott reakcióelegyet 90 °C hőmérsékleten 1 órán át kevertetjük. A reakcióelegyet ezután szobahőmérsékletre hűtjük, majd jeges vízbe, ami 5 ml 50 tömeg%-os nátrium-hidroxid-oldatot tartalmaz, öntjük. A jég megolvadása után a reakcióelegyet dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, és ezután vákuumban alkalmazásával koncentrálnak. 4,0 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű folyékony anyag formájában, amit ¹HNMR-analízissel azonosítottunk.

6. Példa

{o-[5-(Metoxi-metoxi)-2-nitro-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 6p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

9,25 g (0,046 mól) 2-fluor-4-(metoxi-metoxi)-1-nitro-benzolt, 8,5 g (0,047 mól) (o-hidroxifenoxy)-ecetsav-metil-észtert, 6,44 g (0,047 mól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 100 °C hőmérsékleten, 18 órán át kevertetjük. A reakcióelegyet ezután szobahőmérsékletre hűtjük, majd vízbe öntjük és dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot

sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük és ezután vákuum alkalmazásával koncentráljuk. Narancssárga színű gumyszerű anyagot kapunk, amit flash-kromatográfiás módszerrel tisztítunk szilikagélen, eluensként 35 térfogat% etil-acetátot tartalmazó hexán oldatot alkalmazva. 3,6 g cím szerinti vegyületet kapunk sárga színű olajos anyag formájában, amit ^1H NMR- és ^{13}C NMR-analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de (o-hidroxi-fenoxi)-ecetsav-metil-észter helyett (p-hidroxi-fenoxi)-ecetsav-metil-észtert alkalmazva {p-[5-(metoxi-metoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észtert kapunk.

7. Példa

[o-(5-Hidroxi-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 7p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

3,35 g (9,2 mmól) {o-[5-(metoxi-metoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észtert és metanolt tartalmazó oldathoz 30 ml 2,5 n sósavoldatot adunk. A kapott reakcióelegyet 1 órán át visszafolyató hűtő alkalmazásával forraljuk, majd szobahőmérsékletre hűtjük, és ezután vákuum alkalmazásával koncentráljuk. A maradékot diklór-metánban feloldjuk, és az oldatot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük és ezután vákuum alkalmazásával koncentráljuk. 1,9 g cím szerinti vegyületet kapunk sárga színű folyékony anyag formájában, amit ^1H NMR- és ^{13}C NMR-analízissel azonosítottunk.

Ugyanezzel az eljárással, de {o-[5-(metoxi-metoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észter helyett {p-[5-(metoxi-metoxi)-

-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert alkalmazva [p-(5-hidroxi-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert kapunk.

8. Példa

[o-[5-[(3-Klór-5-(trifluor-metil)-2-piridil]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 8p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

1,9 g (5,9 mmól) [o-(5-hidroxi-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert, 1,92 g (8,9 mmól) 2,3-diklór-5-(trifluor-metil)-piridint, 1,23 g (8,9 mmól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 100 °C hőmérsékleten 12 órán át melegítünk, majd szobahőmérsékletre hűtünk. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük és dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, majd vákuumban alkalmazásával koncentrálnak. Sárga színű olajos anyagot kapunk, amit flash-kromatográfiás módszerrel szilikagélen, eluensként etil-acetát/hexán (1:4) elegyet alkalmazva kromatografálunk. 0,8 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga folyékony anyag formájában, amit ¹HNMR- és ¹³CNMR-analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de [o-(5-hidroxi-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észter helyett [p-(5-hidroxi-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert alkalmazva [p-[5-[(3-klór-5-(trifluor-metil)-2-piridil]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert kapunk.

9. Példa

2-Klór- α,α,α -trifluor-p-tolil-m-fluor-fenil-éter előállítása

Az eljárást a 9p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

30,0 g (0,15 mól) 3-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,4$ -tetrafluor-toluolt, 20,18 g (0,18 mól) 3-fluor-fenolt, 24,87 g (0,18 mól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 100 °C hőmérsékleten 8 órán át kevertetünk, majd szobahőmérsékletre hűtünk. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük, majd dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, és ezután vákuum alkalmazásával koncentrálnak. 37,6 g cím szerinti vegyületet kapunk, borostyánszínű folyékony anyag formájában, amit $^1\text{HNMR}$ - és $^{13}\text{CNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

10. Példa

2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil-3-fluor-4-nitro-fenil-éter és 2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil-3-fluor-6-nitro-fenil-éter előállítása

Az eljárást a 10p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

20,0 g (0,069 mól) 2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil-3-fluor-étert és ecetsavanhidridet tartalmazó oldathoz 6,4 g 70 tömeg%-os salétromsav-oldatot (0,069 mól) és 5,0 g (0,051 mól) kénsav-oldatot adunk. A kapott reakcióelegyet -78 °C hőmérsékletre hűtjük, majd 30 percen át kevertetjük. A reakcióelegyet ezután szobahőmérsékletre hagyjuk felmelegedni, majd tört jégre öntjük. A jég megolvadása után a kivált csapadékot összegyűjtjük, hexánban szuszpendáljuk, majd szűrjük. A kapott szilárd anyagot hexán/diklór-metán oldatból átkristályosítjuk. 2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil-karbonát-oldatot kapunk, amit vákuum alkalmazásával koncentrálnak. A borostyánszínű olajos anyagot oszlop-kromatográfiás módszerrel szilikagélen, eluensként 10 térfogat% dietil-étert tartalmazó hexán alkalmazásával kromatografáljuk. 3,4

g 2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil-3-fluor-4-nitro-fenil-étert kapunk, színtelen olajos anyag formájában, amit $^1\text{HNMR}$ - és $^{13}\text{CNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

11. Példa

[o-{5-[(2-Klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 11p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

1,0 g (3,0 mmól) 2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil-3-fluor-4-nitro-fenil-étert, 0,81 g (4,5 mmól) (o-hidroxi-fenoxi)-ecetsav-metil-észtert, 0,62 g (4,5 mmól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 50 °C hőmérsékleten, 18 órán át melegítünk, majd szobahőmérsékletre hűtünk. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük, majd dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, majd vákuum alkalmazásával bepároljuk. A kapott fehér színű olajos anyagot szilikagéllel töltött kromatográfiás oszlopon kromatografáljuk, eluensként 15 térfogat% etil-acetátot tartalmazó hexán alkalmazásával. 0,3 g cím szerinti vegyületet kapunk, tiszta folyékony anyag formájában, amit $^1\text{HNMR}$ - és $^{13}\text{CNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de a 2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil-3-fluor-6-nitro-fenil-étert alkalmazva [o-{5-[(2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-4-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert kapunk.

12. Példa

[o-(5-Fluor-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 12p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

5,0 g (0,031 mól) 2,4-difluor-nitro-benzolt, 5,72 g (0,031 mól) (o-hidroxi-fenoxi)-ecetsav-metil-észtert, 4,28 g (0,031 mól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 100 °C hőmérsékleten, 18 órán át kevertetünk, majd ezután 25 °C hőmérsékletre hűtünk. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük és dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, majd vákuum alkalmazásával bepároljuk. A kapott sárga színű olajos anyagot szilikagéllal töltött kromatográfiás oszlopon kromatografáljuk, eluensként 20 térfogat% etil-acetátot tartalmazó hexánt alkalmazva. 1,2 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű olajos anyag formájában, amit ¹HNMR- és ¹³CNMR-analízissel azonosítottunk.

13. Példa

[o-[5-{{[(1-Metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il]-oxi}}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 13p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

1,1 g (3,4 mmól) [o-(5-fluor-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert, 0,63 g (3,8 mmól) 1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-olt, 0,53 g (3,8 mmól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 100 °C hőmérsékleten, 18 órán át kevertetünk, majd szobahőmérsékletre hűtünk. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük, majd etil-acetáttal extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, majd vákuum alkalmazásával koncentrálnak. A kapott narancssárga színű olajos anyagot szilikagéllal töltött kromatográfiás oszlopon kromatografáljuk, eluensként 30 térfogat% etil-acetátot tartalmazó hexán alkalmazásával. 0,5 g cím szerinti ve-

gyületet kapunk, sárga színű olajos anyag formájában, amit ^1H NMR- és ^{13}C NMR-analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de az 1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-ol helyett a megfelelően helyettesített pirazol-3-olt vagy fenolt alkalmazva a következő (I_{13}) és (I_{13}') általános képletű vegyületek körébe tartozó alábbiakban jellemzett vegyületeket kapjuk.

Az (I_{13}) általános képletű vegyület jellemzői

X	Y	Z	Op (°C)
F	H	Cl	74
OCF ₃	H	H	barna olaj
Cl	CH ₃	Cl	sárga olaj

Az (I_{13}') általános képletű vegyület jellemzői

X	Halmazállapot
Cl	sárga olaj

14. Példa

[o-{5-[(2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-anilino}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 14p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

2,1 g (0,006 mól) 2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil-3-fluor-4-nitro-fenil-étert, 2,7 g (0,015 mól) (p-amino-fenoxi)-ecetsav-metil-észtert, 2,0 g (0,015 mól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 80 °C hőmérsékleten, 18 órán át kevertetünk, majd ezután szobahőmérsékletre hűtünk. A reakció-

elegyet ezután sóoldatba öntjük, és etil-acetáttal extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük és ezután vákuum alkalmazásával bepároljuk. A maradékot flash-kromatográfiás módszerrel szilikagélen kromatografáljuk, eluensként 20 térfogat% etil-acetátot tartalmazó hexán oldat alkalmazásával. 0,6 g cím szerinti vegyületet kapunk, vörös színű olajos anyag formájában, amit $^1\text{HNMR}$ - és $^{13}\text{CNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

15. Példa

o-(5-Fluor-2-nitro-fenoxi)-fenol előállítása

Az eljárást a 15p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

50,0 g (0,314 mól) 2,4-difluor-nitro-benzolt és acetonitrilt tartalmazó oldathoz 103,8 g (0,94 mól) katecholt és 129,9 g (0,94 mól) kálium-karbonátot adunk. A kapott reakcióelegyet 28 °C hőmérsékleten, 24 órán át kevertetjük, majd sóoldatba öntjük és dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, és ezután vákuum alkalmazásával bepároljuk. Barna színű gumyszerű anyagot kapunk, amit flash-kromatográfiás módszerrel szilikagél alkalmazásával kromatografálunk, eluensként 10 térfogat% hexánt tartalmazó diklór-metán oldat alkalmazásával. 43 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű szilárd anyag formájában, amit $^1\text{HNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

16. Példa

[o-(5-Fluor-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 16p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

39,45 g (0,16 mól) o-(5-fluor-2-nitro-fenoxi)-fenolt, 32,75 g (0,24 mól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó elegyhez 36,33 g (0,24 mól) bróm-ecetsav-metil-észtert adunk. A kapott reakcióelegyet szobahőmérsékleten, 18 órán át kevertetjük, majd vízbe öntjük és dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot sóoldattal mossuk, majd vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, és ezután vákuum alkalmazásával koncentráljuk. 42 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű szilárd anyag formájában, amit $^1\text{HNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

17. Példa

[o-{5-[(2-Klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 17p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

75,0 g (0,23 mól) [o-(5-fluor-2-nitro-fenoxi)-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert, 35,52 g (0,26 mól) kálium-karbonátot és N,N-dimetil-formamidot tartalmazó elegyhez 50,77 g (0,26 mól) 3-klór-4-hidroxi-benzo-trifluoridot adunk. A kapott reakcióelegyet 80 °C hőmérsékleten, 10 napon át kevertetjük, majd szobahőmérsékletre hűtjük. A reakcióelegyet ezután vízbe öntjük, majd dietil-éterrel extraháljuk. A szerves extraktumot 0,1 n nátrium-hidroxid-oldattal, majd ezt követően sóoldattal mossuk, és ezután vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük. A vízmentes szerves extraktumot és szilikagélt tartalmazó szuszpenziót vákuum alkalmazásával koncentráljuk. Sárga színű szilárd anyagot kapunk, amit szilikagéllel töltött kromatográfiás oszlopra viszünk. Az eluálást 18 térfogat% etil-acetátot tartalmazó hexán oldattal végezzük. 58 g cím szerinti vegyületet kapunk, amit $^1\text{HNMR}$ - és $^{13}\text{CNMR}$ -analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de a 3-klór-4-hidroxi-benzo-trifluoridot a megfelelő fenollal helyettesítve a következőkben ismertetett (I₁₇) általános képletű vegyületek körébe tartozó alábbiakban jellemzett vegyületeket állítottuk elő.

Az (I₁₇) általános képletű vegyületek jellemzői

X	Y	Z	Op. (°C)
H	4-Cl	2-Cl	sárga olaj
H	4-F	H	arany színű olaj
3-CF ₃	H	H	90
H	4-CF ₃	H	sárga olaj
H	4-CF ₃	2-F	sárga olaj
5-CH ₃	4-Cl	2-Cl	sárga olaj
H	H	2-Cl	sárga olaj
H	3-Cl	H	sárga olaj
H	4-Cl	H	sárga olaj
H	4-SCH ₃	2-Cl	halványsárga olaj

18. Példa

[o-{5-[(2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav előállítása

Az eljárást a 18p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

5,25 g (0,01 mól) [o-{5-[(2-Klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert és metanolt tartalmazó oldatba 10 ml 1 n nátrium-hidroxid-oldatot (0,01 mól) adunk. A kapott reakcióelegyet 3 órán át kevertetjük, majd vákuum alkalmazásával koncentrálnak. A maradékot vízben feloldjuk és a vizes

oldat pH-ját 2,5 n sósavoldattal pH = 3 értékre állítjuk be. A savas oldatot ezután diklór-metánnal extraháljuk. A szerves extraktumot vízzel mossuk, vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük, és ezután vákuum alkalmazásával koncentrálnak. 2 g cím szerinti vegyületet kapunk, fehér színű szilárd anyag formájában, amit ^1H NMR- és ^{13}C NMR-analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de a megfelelően helyettesített észtert alkalmazva a következőkben definiált (I_{18}) általános képletű vegyületek körébe tartozó vegyületeket állítottuk elő.

Az (I_{18}) általános képletű vegyület jellemzői

X	Y	R ₁₇	Op. (°C)
F	CF ₃	4-CO ₂ H	színtelen üveg
F	CF ₃	3-CO ₂ H	halványsárga üvegszerű anyag
H	Cl	3-OCH ₂ CO ₂ H	töртfehér színű szilárd anyag
H	Cl	4-OCH ₂ CO ₂ H	146-150
H	Cl	2-OCH ₂ CO ₂ H	sárga olaj
H	S(O)CH ₃	2-OCH ₂ CO ₂ H	73-79

19. Példa

{o-[5-(2,4-Diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-acetyl-klorid előállítása

Az eljárást a 19p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

25,0 ml (343 mmól) tionil-kloridot és 4,06 g (9,02 mmól) {o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsavat tartalmazó reakcióelegyet 1 órán át visszafolyató hűtő alkalmazásával forralunk. Ezután a felesleges tionil-kloridot a reakcióelegyből desztill-

lációval eltávolítjuk. 4,3 g cím szerinti vegyületet kapunk, amit ^1H NMR- és ^{13}C NMR-analízissel azonosítottunk.

20. Példa

2-{o-[5-(2,4-Diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-amid előállítása

Az eljárást a 20p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

1,11 g (2,38 mmól) {o-[5-(2,4-Diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-acetil-kloridot, 5 ml 35 tömeg%-os ammónia oldatot, 5 ml etanolt és 10 ml N,N-dimetil-formamidot tartalmazó reakcióelegyet 1 órán át kevertetünk, majd vízbe öntünk, és ezután trietil-éter/etil-acetát (1:1) eleggyel extraháljuk. Az egyesített szerves extraktumot vízzel, majd sóoldattal mossuk, és ezután vízmentes magnézium-szulfáton vízmentesítjük, majd vákuum alkalmazásával koncentrálnak. 1,0 g cím szerinti vegyületet kapunk sárga, olajos anyag formájában, amit NMR analízissel azonosítottunk.

21. Példa

1-Diazo-3-{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-2-propanon előállítása

Az eljárást a 21p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

20,0 ml 4 mólos kálium-hidroxid metnaolos oldatot 42 °C hőmérsékleten melegítünk, majd az elegybe 4 g (18,7 mmól) N-metil-N-nitrózo-p-toluolszulfonamidot és 40 ml dietil-étert tartalmazó elegyet csepegtetünk. A diazo-metánt kidesztilláljuk, és száraz-jég/acetón elegyet tartalmazó kondenzátorban kondenzáljuk és összegyűjtjük. A diazo-metán/dietil-éter oldatot jégfürdőn kevertetjük, majd 1,09 g (2,32 mmól) {o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-acetyl-kloridot és tetrahidrofuránt tartalmazó oldatot csepegtetünk hozzá. A kapott reakcióelegyet 30 percen át ke-

vertetjük, majd vákuum alkalmazásával koncentráljuk. A cím szerinti vegyületet sárga olajos anyag formájában kapjuk, amit NMR analízissel azonosítottunk.

22. Példa

3-{o-[5-(2,4-Diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-propion-sav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 22p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

1,0 g (2,11 mmól) 1-diazo-3-{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-propanont és metanolt tartalmazó oldatot 125 wattos UV lámpával, 2,5 órán át, nitrogéngáz atmoszférában besugárzunk. A reakcióelegyet ezután vákuum alkalmazásával koncentráljuk, és szilikagélen kromatografáljuk, eluensként etil-acetátot tartalmazó hexán oldat alkalmazásával. Olajos anyagot kapunk, amit szilikagéllal töltött kromatográfiás oszlopon ismét tisztítunk, eluensként hexánt tartalmazó diklór-metán alkalmazásával. 0,18 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga, olajos anyag formájában, amit NMR analízissel azonosítottunk.

23. Példa

{o-[5-(2,4-Diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-benzil-észter előállítása

Az eljárást a 23p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

1,12 g (2,38 mmól) {o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-acetil-kloridot és tetrahidrofuránt tartalmazó reakcióelegyhez 0,8 ml (7,73 mmól) benzil-alkoholt és 1 ml (7,17 mmól) trietil-amint adunk. A kapott reakcióelegyet 20 percen át kevertetjük, majd vízbe öntjük és dietil-éterrel extraháljuk. Az egyesített szerves extraktumot 1 mólos sósavoldattal, vízzel, majd sóoldattal mossuk, és ezután vízmentes magnézium-szulfáton vízmentesít-

jük, majd vákuum alkalmazásával bepároljuk. A kapott olajos anyagot szilikagéllal töltött kromatográfiás oszlopon kromatografáljuk, eluensként hexánt tartalmazó diklór-metán oldat alkalmazásával. 1,0 g cím szerinti vegyületet kapunk, sárga színű olajos anyag formájában, amit NMR analízissel azonosítottunk.

24. Példa

[o-{5-[2-Klór-4-(metil-szulfonil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter előállítása

Az eljárást a 24p) reakcióvázlaton mutatjuk be.

4,30 g (0,009 mól) [o-{5-[2-klór-4-(metil-tio)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert és diklór-metánt tartalmazó oldatot 0 °C hőmérsékletre hűtünk, majd 1,73 g (0,010 mól) 3-klór-peroxid-benzoészavval kezelünk. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre hagyjuk felmelegedni, és egy éjszakán át kevertetjük, majd 1,4 ml trietil-amint adunk hozzá. A reakcióelegyet ezután vákuum alkalmazásával koncentrálnak, majd a maradékot etil-acetátban feloldjuk. A szerves oldatot vízzel, majd 2 n sósav-oldattal mossuk, és ezután vízmentes nátrium-szulfáton vízmentesítjük. Az oldatot vákuum alkalmazásával koncentrálnak. A maradék halványsárga színű olajos anyagot szilikagéllal töltött kromatográfiás oszlopon kromatografáljuk, eluensként etil-acetátot alkalmazva. 2,6 g cím szerinti vegyületet kapunk, halványsárga színű olajos anyag formájában, amit NMR analízissel azonosítottunk.

Alapvetően ugyanezzel az eljárással, de két mól ekvivalens 3-klór-peroxi-benzoészav alkalmazásával [o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfonil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észtert kapunk, sárga színű üveges anyag formájában.

25. példa**A vizsgálati vegyületek posztemergens herbicid hatásának vizsgálata**

A találmány szerinti vegyületek posztemergens herbicid aktivitását a következő vizsgálatokkal demonstráljuk. A vizsgálatokban különböző egyszikű és kétszikű növényeket a találmány szerinti vegyületek víz-aceton eleggyel készített diszperziójával kezeljük. A vizsgálatokban a növénytálcákat, dúsított földben körülbelül két héten át növesztjük. A vizsgálati vegyületeket 0,5 tömeg% TWEEN 20 /poli(oxi-etilén)-szorbitán-monolaurát; gyártócég: Atlas Chemical Industries/ felületaktív anyagot tartalmazó aceton/víz (50:50) elegyben diszpergáljuk, olyan mennyiségben, hogy a hatóanyag a növényekre 272 kPa nyomással, pemetező fúvókán keresztül, előre meghatározott időn át, 0,125-0,500 kg/ha mennyiségben jusson ki. A permetezés után a növényeket melegházba helyezzük és hagyományos módon ápoljuk. A kezelés után 4-5 héttel a palántákat megvizsgáljuk és az alábbiakban ismertetett osztályozó rendszer segítségével osztályozzuk. Az eredményeket az 1. táblázatban foglaljuk össze. Abban az esetben ha több, mint egy vizsgálatot végzünk, a mérési eredményeket átlagoljuk.

A vizsgálatban alkalmazott növények táblázatban megadott rövidítését, valamint tudományos és köznapi elnevezését a következőkben adjuk meg.

A posztemergens és preemergens herbicid vizsgálatban alkalmazott, a táblázatban számmal jelölt, vegyületek kémiai elnevezését szintén a következőkben adjuk meg.

Herbicide osztályozási skála

A herbicide hatásossági vizsgálatokat 0-9 osztályozási skálával értékeljük. A skála a növények dőlésének, életerejének, eltorzulásának, méretének, elsárgulásának és teljes külső megjelenésének vizuális értékelése alapján készült egy kontroll növényvel összehasonlításban.

Osztályozás	Jelentés	A kontrollhoz viszonyítva (%)
9	teljes pusztulás	100
8	közelítőleg teljes pusztulás	91-99
7	jó herbicide hatás	80-90
6	herbicide hatás	65-79
5	határozott sérülés	45-64
4	sérülés	30-44
3	közepes hatás	16-29
2	enyhe hatás	6-15
1	hatás nyomokban	1-5
0	nincs hatás	0
-	nincs mérés	

A herbicide vizsgálatokban alkalmazott növények

Rövidítés	Köznapi elnevezés	Tudományos név
ABUTH	pelyhes selyemperje	ABUTILON THEOPHRASTI, MEDIC.
AMARE	disznóparéj	AMARANTHUS RETROFLEXUS, L.

Rövidítés	Köznapi elnevezés	Tudományos név
AMBEL	parlagfű	AMBROSIA ARTEMISIIFOLIA, L.
IPOHE	hajnalka	IPOMOEAE HEDERACEAE, (L)JACQ.
DIGSA	újjasmuhar	DIGITARIA SANGUINALIS (L)SCOP
ECHCG	kakaslábfű	ECHINOCHLOA CRUS- -GALLI, (L)BEAU
PANMIY	Millet, sárga	PANICUM MILIACEUM, L.
SETVI	ecsetpázsit, zöld	SETARIA VIRIDIS, (L)BEAUV
GLXMAW	Szójabab	GLYCINE MAX(L) MERR.CV.WILLIAMS
ORYSA	Rizs	ORYZA SATIVA L.
TRZAWO	Búza, (téli, Apollo)	TRITICUM AESTIVUM, CV APOLLO
ZEAMX	Kukorica (mezei)	ZEA MAYS, L.

Herbicid szerekként értékelt vegyületek

A vegyület száma	
1.	2-[p-{5-[(2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-propionsav-metil-észter
2.	2-[m-{5-[(2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-propionsav-metil-észter

A vegyület száma	
3.	2-[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-propionsav-metil-észter
4.	[m-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
5.	[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
6.	[p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
7.	[o-[5-{[3-klór-5-(trifluor-metil)-2-piridil]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
8.	[p-[5-{[3-klór-5-(trifluor-metil)-2-piridil]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
9.	[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav
10.	[o-{5-[(2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-4-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
11.	o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-benzoesav-metil-észter
12.	[o-{5-[(2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
13.	p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-benzoesav-metil-észter
14.	m-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-benzoesav-metil-észter
15.	p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-benzoesav

A vegyület száma	
16.	m-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-benzoesav
17.	o-{5-[(2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-hidrofahéjsav-metil-észter
18.	4-[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-vajsav-metil-észter
19.	3-[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-propionsav-metil-észter
20.	[p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-anilino}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
21.	[o-[5-{[1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
22.	[o-[5-{[4-klór-1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
23.	{o-[5-(2-klór-4-fluor-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észter
24.	[o-{5-[p-(trifluor-metoxi)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
25.	{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észter
26.	{o-[5-(p-fluor-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észter
27.	[o-{5-[(6-klór- α,α,α -trifluor-m-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter

A vegyület száma	
28.	[o-{2-nitro-5-[(α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-fenoxi}- -fenoxi]-ecetsav-metil-észter
29.	[o-{2-nitro-5-[(α,α,α ,2-tetrafluor-p-tolil)-oxi]- -fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter
30.	[o-{5-[(4,6-diklór-m-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}- -fenoxi]-ecetsav-metil-észter
31.	[o-{5-[(2,4-diklór-m-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}- -fenoxi]-ecetsav-metil-észter
32.	{m-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}- -ecetsav-metil-észter
33.	{m-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}- -ecetsav-etil-észter
34.	{m-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}- -ecetsav
35.	{p-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}- -ecetsav-etil-észter
36.	{p-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}- -ecetsav-propil-észter
37.	5-{p-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}- -pentánsav-metil-észter
38.	{p-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}- -ecetsav
39.	[o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfenil)-fenoxi]-2-nitro- -fenoxi}-fenoxi]-ecetsav
40.	[o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfenil)-fenoxi]-2-nitro- -fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter

A vegyület száma	
41.	{o-[5-(m-klór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecet- sav-metil-észter
42.	{o-[5-(p-klór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecet- sav-metil-észter
43.	{o-[5-(o-klór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecet- sav-metil-észter

I. Táblázat

A vizsgált vegyületek posztmergens herbicid értékelése

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANIMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
1	0.500	8.3	9.0	9.0	9.0	1.0	4.0	4.5	4.7	5.0	3.7	4.5	3.7
	0.250	8.7	9.0	9.0	9.0	4.5	2.5	3.5	4.3	5.0	2.3	4.5	2.3
	0.125	8.3	9.0	9.0	9.0	3.0	2.0	3.0	3.3	3.0	2.3	3.0	2.3
2	0.500	7.0	9.0	9.0	9.0	4.0	2.0	4.0	5.0	4.0	4.0	4.0	3.0
	0.250	8.0	9.0	9.0	9.0	3.0	2.0	3.0	2.0	4.0	4.0	4.0	3.0
	0.125	6.0	9.0	9.0	6.0	3.0	2.0	2.0	2.0	3.0	4.0	3.0	2.0
3	0.500	8.0	9.0	8.0	9.0	7.0	6.0	4.0	4.0	4.0	5.0	4.0	3.0
	0.250	8.0	9.0	9.0	9.0	4.0	3.0	3.0	4.0	4.0	5.0	4.0	3.0
	0.125	8.0	9.0	9.0	9.0	4.0	3.0	4.0	4.0	4.0	5.0	4.0	3.0
4	0.500	6.0	9.0	9.0	9.0	5.0	2.0	3.0	3.0	5.0	4.0	5.0	3.0
	0.250	4.0	9.0	9.0	9.0	3.0	2.0	3.0	2.0	5.0	3.0	3.0	3.0
	0.125	3.0	9.0	7.0	9.0	3.0	2.0	3.0	2.0	5.0	3.0	2.0	2.0

11088

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DGSA	ECHCG	PANIMY	SETM	GLXMAW	ORISA	TRZAWQ	ZEAMX
5	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	8.3	6.7	6.7	6.8	6.1	5.2	5.3	5.9
	0.250	8.8	9.0	9.0	9.0	7.5	5.6	5.6	6.0	6.0	4.7	4.9	4.8
	0.125	8.9	9.0	9.0	9.0	7.0	5.0	5.1	5.4	5.3	4.1	4.4	4.2
6	0.500	8.0	9.0	9.0	9.0	3.0	3.0	4.0	3.0	6.0	3.0	4.0	4.0
	0.250	6.0	9.0	8.0	9.0	3.0	2.0	3.0	2.0	5.0	2.0	3.0	3.0
	0.125	7.0	9.0	8.0	7.0	3.0	2.0	3.0	3.0	5.0	2.0	3.0	3.0
7	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	5.0	6.0	5.0	3.0	6.0	5.0	3.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	3.0	6.0	5.0	3.0	6.0	5.0	3.0
	0.125	7.0	9.0	9.0	9.0	5.0	2.0	6.0	4.0	4.0	5.0	4.0	3.0
8	0.500	5.0	8.0	9.0	9.0	3.0	2.0	4.0	2.0	2.0	3.0	2.0	2.0
	0.250	3.0	9.0	9.0	6.0	3.0	2.0	3.0	2.0	2.0	3.0	2.0	3.0
	0.125	3.0	9.0	9.0	6.0	3.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHCG	PANMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
17	0.125	9.0	9.0	7.0	4.0	0.0	0.0	1.0	0.0	2.0	2.0	3.0	2.0
18	0.500	9.0	9.0	6.0	7.0	6.0	4.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	4.0
	0.250	8.0	9.0	5.0	6.0	4.0	3.0	3.0	2.0	3.0	3.0	3.0	3.0
	0.125	9.0	9.0	3.0	5.0	4.0	3.0	2.0	2.0	3.0	1.0	2.0	3.0
19	0.125	8.0	9.0	7.0	6.0	2.0	1.0	2.0	1.0	2.0	2.0	4.0	2.0
20	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	7.0	4.0	3.0	3.0	4.0	4.0	5.0	4.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	9.0	6.0	3.0	3.0	2.0	4.0	3.0	4.0	4.0
	0.125	9.0	9.0	9.0	9.0	6.0	3.0	2.0	2.0	3.0	2.0	4.0	3.0
21	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	6.0	4.0	8.0	6.0	4.0	9.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	9.0	6.0	4.0	5.0	5.0	4.0	9.0
	0.125	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	9.0	6.0	4.0	7.0	4.0	4.0	9.0

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANIMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
22	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	6.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	6.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0
	0.125	9.0	9.0	9.0	9.0	6.0	6.0	4.0	5.0	5.0	4.0	4.0	6.0
23	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	7.0	7.0	6.0	6.0	4.0	3.0	4.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	4.0	6.0	6.0	7.0	4.0	4.0	5.0
	0.125	8.0	9.0	9.0	9.0	8.0	4.0	5.0	6.0	6.0	3.0	4.0	5.0
24	0.500	7.0	9.0	8.0	9.0	5.0	3.0	4.0	5.0	5.0	3.0	4.0	4.0
	0.250	6.0	9.0	5.0	7.0	3.0	3.0	4.0	3.0	4.0	2.0	3.0	3.0
	0.125	4.0	9.0	5.0	4.0	2.0	2.0	3.0	3.0	4.0	2.0	3.0	4.0
25	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	6.3	3.8	4.5	4.5	4.8	2.8	3.3	4.0
	0.250	8.8	9.0	9.0	9.0	5.3	2.7	4.3	4.3	4.3	2.8	3.5	3.5
	0.125	8.5	9.0	8.8	8.8	4.3	2.2	3.5	3.5	4.0	2.8	3.8	3.5

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANIMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
26	0.500	8.0	9.0	8.0	9.0	6.0	5.0	4.0	4.0	5.0	4.0	4.0	5.0
	0.250	6.0	9.0	6.0	6.0	4.0	2.0	4.0	3.0	5.0	3.0	3.0	5.0
	0.125	6.0	9.0	6.0	6.0	4.0	3.0	4.0	3.0	4.0	2.0	3.0	3.0
27	0.500	3.0	9.0	6.0	3.0	3.0	2.0	2.0	2.0	4.0	2.0	3.0	4.0
	0.250	4.0	9.0	4.0	4.0	3.0	2.0	2.0	2.0	4.0	2.0	3.0	4.0
	0.125	3.0	8.0	4.0	3.0	3.0	2.0	1.0	2.0	3.0	1.0	2.0	3.0
28	0.500	7.0	9.0	9.0	9.0	6.0	5.0	5.0	5.0	4.0	3.0	3.0	3.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	9.0	5.0	4.0	5.0	4.0	4.0	2.0	2.0	3.0
	0.125	5.0	9.0	8.0	9.0	5.0	4.0	4.0	3.0	3.0	2.0	2.0	3.0
29	0.500	8.0	9.0	9.0	9.0	7.0	5.0	5.0	5.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	0.250	8.0	9.0	9.0	9.0	5.0	4.0	5.0	4.0	3.0	4.0	4.0	4.0
	0.125	6.0	9.0	9.0	9.0	5.0	4.0	4.0	4.0	3.0	3.0	3.0	4.0

1000

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DGSA	ECHOG	PANMY	SETVI	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
34	0.500	2.0	9.0	4.0	9.0	1.0	1.0	2.0	1.0	1.0	1.0	2.0	3.0
	0.250	2.0	9.0	4.0	7.0	1.0	1.0	2.0	0.0	1.0	1.0	2.0	3.0
	0.125	2.0	7.0	2.0	9.0	0.0	0.0	1.0	0.0	1.0	1.0	2.0	3.0
35	0.500	5.0	9.0	8.0	8.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	1.0	2.0	3.0
	0.250	6.0	7.0	6.0	8.0	2.0	2.0	3.0	2.0	2.0	1.0	2.0	3.0
	0.125	3.0	9.0	5.0	6.0	1.0	1.0	2.0	1.0	2.0	1.0	2.0	3.0
36	0.500	8.0	9.0	5.0	8.0	2.0	2.0	3.0	2.0	3.0	1.0	3.0	3.0
	0.250	5.0	8.0	5.0	8.0	2.0	1.0	3.0	2.0	2.0	1.0	3.0	3.0
	0.125	4.0	8.0	5.0	7.0	2.0	1.0	2.0	1.0	2.0	1.0	2.0	3.0
37	0.500	3.0	4.0	3.0	4.0	0.0	0.0	2.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	0.250	2.0	3.0	2.0	3.0	1.0	0.0	2.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
	0.125	2.0	3.0	3.0	3.0	0.0	0.0	2.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

1000

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DGSA	ECHCG	PANIMY	SETVI	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
38	0.500	6.0	8.0	6.0	7.0	1.0	1.0	2.0	1.0	3.0	3.0	4.0	4.0
	0.250	4.0	5.0	4.0	6.0	1.0	1.0	2.0	1.0	3.0	3.0	4.0	3.0
	0.125	2.0	4.0	4.0	5.0	1.0	1.0	2.0	1.0	2.0	1.0	2.0	3.0
39	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	6.0	6.0	4.0	4.0	5.0	5.0
	0.250	9.0	9.0	8.0	9.0	9.0	9.0	5.0	6.0	4.0	3.0	5.0	5.0
	0.125	8.0	9.0	6.0	9.0	6.0	5.0	4.0	6.0	4.0	2.0	4.0	4.0
40	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	6.0	6.0	8.0	6.0	6.0	8.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	6.0	6.0	9.0	5.0	7.0	8.0
	0.125	9.0	9.0	9.0	9.0	7.0	7.0	5.0	5.0	8.0	4.0	5.0	6.0
41	0.500	9.0	9.0	7.0	5.0	2.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	2.0	2.0
	0.250	9.0	9.0	6.0	4.0	-	-	1.0	-	2.0	1.0	1.0	2.0
	0.125	7.0	9.0	3.0	7.0	-	-	1.0	-	1.0	1.0	1.0	2.0

11085

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANIMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
42	0.500	9.0	9.0	5.0	6.0	4.0	3.0	3.0	2.0	2.0	2.0	3.0	2.0
	0.250	9.0	9.0	6.0	9.0	2.0	2.0	2.0	1.0	2.0	2.0	3.0	2.0
	0.125	9.0	9.0	6.0	9.0	-	-	1.0	-	1.0	1.0	2.0	2.0
43	0.500	9.0	9.0	9.0	9.0	3.0	2.0	1.0	2.0	3.0	3.0	3.0	2.0
	0.250	9.0	9.0	9.0	8.0	2.0	2.0	1.0	1.0	3.0	2.0	3.0	2.0
	0.125	9.0	9.0	8.0	8.0	1.0	1.0	1.0	-	2.0	2.0	2.0	2.0

11085

26. Példa**A vizsgálati vegyületek preemergens herbicid hatásának vizsgálata**

A találmány szerinti vegyületek preemergens herbicid aktivitását a következő vizsgálatokkal demonstráljuk. A vizsgálatokban különböző egyszikű és kétszikű növények magvait külön-külön ültető talajjal elegyítjük, majd az elegyet körülbelül 0,5 literes edényekben lévő föld tetejére, 2,54 cm vastagságban elhelyezzük. Az ültetés után az edényeket a vizsgálati vegyületek vizes-acetonos oldatával permetezzük, mely oldatok olyan mennyiségben, tartalmazzák a hatóanyagot, hogy az edényenként 0,125-0,500 kg/ha mennyiségben jusson ki. A csészéket a kezelés után melegházba helyezzük, locsoljuk és hagyományos módon ápoljuk. A kezelés után 4-5 héttel az edényeket megvizsgáljuk és a 25. példában ismertetett osztályozó rendszer segítségével értékeljük.

A vizsgálati eredményeket a 3. táblázatban foglaljuk össze. A vizsgálati vegyületeket a 25. példában megadott számokkal jelöljük.

II. Táblázat

A vizsgált vegyületek preemergens herbicid hatása

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
1	0.500	8.3	9.0	8.7	8.5	8.5	5.5	2.0	8.3	0.0	0.0	0.0	1.0
2	0.500	9.0	9.0	9.0	5.0	8.0	2.0	5.0	5.0	0.0	0.0	3.0	0.0
3	0.500	9.0	9.0	8.0	9.0	9.0	3.0	6.0	9.0	3.0	0.0	3.0	0.0
4	0.500	8.0	9.0	5.0	5.0	7.0	2.0	0.0	6.0	0.0	0.0	0.0	0.0
5	0.500	9.0	9.0	8.8	8.6	8.6	4.8	7.3	8.1	7.0	2.1	2.1	2.6
6	0.500	9.0	9.0	9.0	6.0	6.0	0.0	0.0	0.0	2.0	0.0	3.0	0.0
7	0.500	6.0	9.0	9.0	9.0	9.0	0.0	8.0	8.0	0.0	3.0	2.0	0.0
8	0.500	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

4403

II. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
9	0.125	4.0	9.0	4.0	2.0	4.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
10	0.125	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
11	0.125	2.0	8.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12	0.125	5.0	9.0	7.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13	0.125	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14	0.125	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15	0.125	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16	0.125	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

11003

II. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOQ	PANMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
17	0.125	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18	0.500	5.0	9.0	0.0	0.0	2.0	2.0	0.0	2.0	2.0	0.0	0.0	0.0
19	0.125	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
20	0.500	5.0	9.0	5.0	6.0	9.0	2.0	0.0	6.0	0.0	0.0	0.0	0.0
21	0.500	0.0	9.0	5.0	9.0	6.0	5.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
22	0.500	5.0	9.0	6.0	5.0	7.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
23	0.500	9.0	9.0	8.0	5.0	8.0	0.0	2.0	0.0	1.0	3.0	2.0	0.0
24	0.500	2.0	2.0	0.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

II. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANIMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
25	0.500	8.0	9.0	7.0	3.0	2.7	1.0	1.0	2.0	4.5	0.0	0.0	0.5
26	0.500	2.0	2.0	0.0	3.0	0.0	2.0	5.0	0.0	0.0	3.0	2.0	0.0
27	0.500	2.0	0.0	0.0	5.0	5.0	2.0	4.0	3.0	0.0	2.0	2.0	0.0
28	0.500	2.0	9.0	5.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
29	0.500	0.0	9.0	2.0	9.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
30	0.500	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
31	0.500	9.0	9.0	0.0	0.0	2.0	2.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
32	0.500	0.0	-	0.0	-	0.0	0.0	-	0.0	-	-	-	-

I. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPOHE	DIGSA	ECHOG	PANMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
9	0.125	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	6.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0
10	0.125	8.0	9.0	6.0	5.0	1.0	1.0	1.0	1.0	2.0	0.0	0.0	0.0
11	0.125	7.0	9.0	7.0	5.0	1.0	2.0	3.0	2.0	1.0	2.0	3.0	1.0
12	0.125	9.0	9.0	9.0	9.0	8.0	2.5	4.0	4.0	6.0	3.0	5.0	4.0
13	0.125	9.0	9.0	9.0	6.0	1.0	1.0	2.0	2.0	2.0	1.0	2.0	1.0
14	0.125	9.0	9.0	8.0	5.0	2.0	1.0	2.0	1.0	2.0	1.0	1.0	1.0
15	0.125	9.0	9.0	9.0	7.0	2.0	1.0	2.0	2.0	3.0	2.0	4.0	2.0
16	0.125	9.0	9.0	7.0	7.0	2.0	2.0	2.0	1.0	3.0	2.0	4.0	2.0

•••
•••
•••
•••
•••

II. Táblázat (folytatás)

Vegy. száma	Dózis (kg/ha)	ABUTH	AMARE	AMBEL	IPHE	DGSA	ECHG	PANMY	SETM	GLXMAW	ORYSA	TRZAWQ	ZEAMX
33	0.500	0.0	-	0.0	-	0.0	0.0	-	0.0	-	-	-	-
34	0.500	0.0	-	0.0	-	0.0	0.0	-	0.0	-	-	-	-

11003

27. Példa

Rizs tolerancia vizsgálata átültetés utáni alkalmazásoknál és preemergens gyomirtásnál elárasztott rizsföldön

Az átültetett rizs toleranciáját a herbicid kezelésre a következő módon határozzuk meg: két 10 napos rizs palántát (CV. Tebonnet) átültetünk 10,5 cm átmérőjű 947 cm³ térfogatú, kifolyónyílásokat nem tartalmazó műanyag edényekben lévő iszapos lerakódásos talajba. Az átültetés után a tartó edényeket elárasztjuk, és a vízszintet a talajszint felett 1,5 - 3 cm magasságban tartjuk fenn. Három nappal az átültetés után az elárasztott talajfelszínű tartóedényeket vizes-acetonos (50:50 térfogatarányú) elegyben lévő vizsgálati vegyületekkel kezeljük 1,0, 0,5 és 0,25 kg/ha hatóanyag kijuttatása mellett. A kezelt tartóedényeket ezután növényházba helyezzük, és vízzel kezeljük oly módon, hogy a vízszintet a fentiekben ismertetett magasságban tartjuk, és az üvegházban normál üvegházi körülményeket tartunk fenn. 3-4 héttel a kezelés után minden egyes tartóedényt megvizsgálunk, és a herbicid hatásosságot a 25. példában ismertetett osztályozó rendszer segítségével osztályozzuk. A kapott adatokat a 3. táblázatban foglaljuk össze.

A preemergens herbicid hatást elárasztott rizsföld körülmények között a következő módon határozzuk meg: kakaslábű magvakat 947 cm³ térfogatú, 10,5 cm átmérőjű és kifolyónyílásokat nem tartalmazó műanyag tárolóedényben lévő 0,5 cm mélyre iszapos lerakódásos talajba ültetünk. Víz adunk a tárolóedényekhez és a vizet a talaj felszín fölött 1,5 - 3 cm magasságban tartjuk fenn a kísérlet alatt. A vizsgálati vegyületeket vi-

zes-acetonos (50:50 térfogatarányú) elegyben közvetlenül az elárasztó vízbe pipettázzuk, és ily módon 1,0, 0,5 és 0,25 kg/ha hatóanyagot juttatunk ki. A kezelt tárolóedényeket növényházba helyezzük, és normál növényházi körülmények között tartjuk. 3-4 héttel a kezelés után a tárolóedényeket megvizsgáljuk, és a herbicid hatásosságot a 25. példában ismertetett osztályozó rendszer segítségével osztályozzuk. A kapott adatokat a III. táblázatban foglaljuk össze.

III. Táblázat

Rizsföld körülmények - átültetett rizsben preemergens alkalmazás kakasláb-fű ellen

Vizsgálati vegyület	Dózis (kg/ha)	Kakasláb-fű	Rizs
{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-	1,00	9,0	2,0
-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észter	0,50	9,0	1,5
	0,25	9,0	1,0

A táblázat adataiból jól látszik, hogy az {o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észter hatásosan alkalmazható átültetett rizs jelenlétében kakasláb-fűnek a preemergens elpusztítására.

Szabadalmi igénypontok

1. Az (I) általános képletű vegyületek - ahol a képletben
- Ar jelentése (a) vagy (b) általános képletű csoport, ahol
- M jelentése N vagy CZ;
- X, Y és Z jelentése egymástól függetlenül hidrogén- vagy halogénatom, vagy 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkoxi-, ciano-, nitro- vagy $S(O)_pR_7$ általános képletű csoport, azzal a megkötéssel, hogy X, Y és Z egyidejű nitrocsoport jelentése kizárt;
- p értéke 0, 1 vagy 2;
- R_7 jelentése 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport;
- R_6 jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;
- W és W_1 egymástól függetlenül O, S vagy NR_8 általános képletű csoport, ahol
- R_8 jelentése hidrogénatom, vagy 1 - 4 szénatomos alkilcsoport,
- m értéke 0 vagy 1;
- R jelentése halogénatom, vagy nitro-, ciano-, (1 - 4 szénatomos alkil)-szulfonil- vagy (1 - 4 szénatomos haloalkil)-szulfonil-csoport;
- R_1 jelentése hidrogén- vagy halogénatom, vagy nitrocsoport;
- R_2 jelentése halogén- vagy hidrogénatom, vagy 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport;
- R_3 és R_4 egymástól függetlenül hidrogénatom, 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport, vagy

- R_3 és R_4 együttesen egy gyűrűt képezhet, amelyben R_3 és R_4 jelentése $-(CH_2)_q-$ általános képletű csoport, ahol q értéke 2, 3, 4 vagy 5;
- n értéke 0, 1, 2, 3, 4 vagy 5;
- R_5 jelentése cianocsoport, $C(O)R_9$, $C(Q)R_{10}$, $CH_2OC(O)R_{11}$, CH_2OR_{10} , $CH(OR_{12})_2$, $N(R_{10})SO_2R_{13}$ általános képletű csoport vagy egy $-CO_2R_{11}$ általános képletű csoporttal szubsztituált 2 - 6 szénatomos alkenilcsoport;
- R_9 jelentése OH , OR_{14} , $NR_{15}R_{16}$ vagy $N(R_{10})SO_2R_{13}$ általános képletű csoport;
- Q jelentése O vagy $NOC(R_3R_4)CO_2R_{12}$ általános képletű csoport;
- R_{10} jelentése hidrogénatom vagy adott esetben 1 - 4 szénatomos alkoxicsoporttal szubsztituált 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;
- R_{11} jelentése hidrogénatom, 1 - 4 szénatomos alkil-, vagy adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált fenilcsoport;
- R_{12} jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;
- R_{13} jelentése 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil- vagy egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált fenilcsoport;
- R_{14} jelentése 1 - 6 szénatomos alkilcsoport, ami adott esetben szubsztituált halogénatommal, 1 - 4 szén-

atomos alkoxi-, (1 - 4 szénatomos alkil)-tio-, hidroxil-, 3 - 6 szénatomos cikloalkil-, furil- vagy fenilcsoporttal, amely fenilcsoport adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxics csoporttal szubsztituált,

3 - 6 szénatomos alkenilcsoport, ami adott esetben szubsztituált halogénatommal, 1 - 4 szénatomos alkoxi-, 3 - 6 szénatomos cikloalkil- vagy fenilcsoporttal, amely fenilcsoport adott esetben egy vagy több halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxics csoporttal szubsztituált;

3 - 6 szénatomos alkinilcsoport, ami adott esetben halogénatommal vagy 1 - 4 szénatomos alkoxics csoporttal szubsztituált,

3 - 6 szénatomos cikloalkilcsoport,

-N=C(R₃R₄),

-C(R₃R₄)CO₂R₁₀ vagy

alkálifém-, alkáliföldfém-, mangán-, réz-, cink-, kobalt-, ezüst-, nikkel-, ammónium- vagy szerves ammónium-kation;

és

R₁₅ és R₁₆ jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, 1 - 4 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport, amely fenilcsoport adott esetben egy vagy több

halogénatommal, ciano-, nitro-, 1 - 4 szénatomos alkil-, 1 - 4 szénatomos haloalkil-, 1 - 4 szénatomos alkoxi- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkoxicsoporttal szubsztituált.

2. Az 1. igénypont szerinti vegyületek körébe tartozó [o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter.

3. Eljárás nemkívánatos növényfajták szabályozására, azal jellemezve, hogy a növények levélzetére vagy a növény magvait vagy egyéb szaporító szervét tartalmazó talajra vagy vízbe az (I) általános képletű aril-oxi-benzol-származékok herbicid hatásos mennyiségét, ahol a képletben Ar, W, W1, m, n, R, R₁, R₂, R₃, R₄ és R₅ jelentése az 1. igénypontban megadottakkal azonos, alkalmazunk.

4. A 3. igénypont szerinti eljárás, azal jellemezve, hogy a következő vegyületet alkalmazzuk:

[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,5$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

[o-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav;

{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-észter;

[o-{5-[(2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

p-{5-[(2-klór- $\alpha,\alpha,\alpha,6$ -tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-benzoesav-metil-észter;

[o-[5-{[4-klór-1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il]-oxi}-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

[p-{5-[(2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-anilino}-
 -fenoxi]-ecetsav-metil-észter;
 {o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-propil-
 -észter;
 [o-{2-nitro-5-[(α,α,α ,2-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-fenoxi}-fenoxi]-
 -ecetsav-metil-észter;
 [o-[5-[(1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il)-oxi]-2-nitro-fenoxi]-
 -fenoxi]-ecetsav-metil-észter;
 [o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfinil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-
 -ecetsav; és
 [o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfinil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-
 -ecetsav-metil-észter.

5. A 3. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a vegyületet a növények levélzetére alkalmazzuk 0,016 - 4,0 kg/ha mennyiségben.

6. Eljárás nemkívánatos növényfajták szabályozására átültetett rizsben, azzal jellemezve, hogy a nemkívánatos növényi fajták magvait vagy egyéb szaporító szerveit tartalmazó talajba vagy vízbe azután, hogy a rizst átültettük, herbicid hatásos mennyiségben egy (I) általános képletű vegyületet, ahol a képletben Ar, W, W₁, m, n, R, R₁, R₂, R₃, R₄ és R₅ jelentése az 1. igénypontban megadottakkal azonos, alkalmazunk.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a következő vegyületet alkalmazzuk:

{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi}-ecetsav-metil-
 -észter;
 [o-{5-[(2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-
 -fenoxi]-ecetsav-metil-észter;

[o-{5-[(2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-
-fenoxi]-ecetsav;
[o-{5-[(2-klór- α,α,α -trifluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-
-ecetsav-metil-észter;
p-{5-[(2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-fenoxi}-
-benzoesav-metil-észter;
[o-{5-[[4-klór-1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il]-oxi]-2-nitro-
-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;
[p-{5-[(2-klór- α,α,α ,6-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-2-nitro-anilino}-
-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;
{o-[5-(2,4-diklór-fenoxi)-2-nitro-fenoxi]-fenoxi]-ecetsav-propil-
-észter;
[o-{2-nitro-5-[(α,α,α ,2-tetrafluor-p-tolil)-oxi]-fenoxi}-fenoxi]-
-ecetsav-metil-észter;
[o-{5-[[1-metil-5-(trifluor-metil)-pirazol-3-il]-oxi]-2-nitro-fenoxi]-
-fenoxi]-ecetsav-metil-észter;
[o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfinil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-
-ecetsav; és
[o-{5-[2-klór-4-(metil-szulfinil)-fenoxi]-2-nitro-fenoxi}-fenoxi]-
-ecetsav-metil-észter.

8. Herbicid készítmények, azzal jellemezve, hogy inert szilárd vagy folyékony hordozóanyagot és herbicid hatásos mennyiségben egy (I) általános képletű vegyületet, ahol a képletben Ar, W, W₁, m, n, R, R₁, R₂, R₃, R₄ és R₅ jelentése az 1. igénypontban megadottakkal azonos, tartalmaznak.

9. A 8. igénypont szerinti készítmény, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként olyan (I) általános képletű vegyületet tartalmaz, ahol a képletben

- Ar jelentése (a) vagy (b) általános képletű csoport,
- M jelentése N vagy CZ;
- X, Y és Z jelentése egymástól függetlenül hidrogén- vagy halogénatom, 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport vagy $-S(O)_pR_7$ általános képletű csoport;
- p értéke 0, 1 vagy 2,
- R_7 jelentése 1 - 4 szénatomos alkil- vagy 1 - 4 szénatomos haloalkilcsoport;
- R_6 jelentése 1 - 4 szénatomos alkilcsoport;
- W jelentése O vagy NH;
- W_1 jelentése O;
- m értéke 0 vagy 1;
- R jelentése nitrocsoport,
- R_1 jelentése hidrogén- vagy halogénatom vagy nitrocsoport,
- R_2 jelentése hidrogénatom;
- R_3 és R_4 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1 - 4 szénatomos alkilcsoport,
- n értéke 0, 1, 2, 3, 4 vagy 5,
- R_5 jelentése $C(O)R_9$;
- R_9 jelentése OH vagy OR_{14} ; és
- R_{14} jelentése 1 - 6 szénatomos alkil-, 3 - 6 szénatomos alkenil-, 3 - 6 szénatomos alkinil- vagy alkálifém-, alkáliföldfém-, ammónium- vagy tri(1-6 szénatomos alkil)-ammónium-kation.

A meghatalmazott:

DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

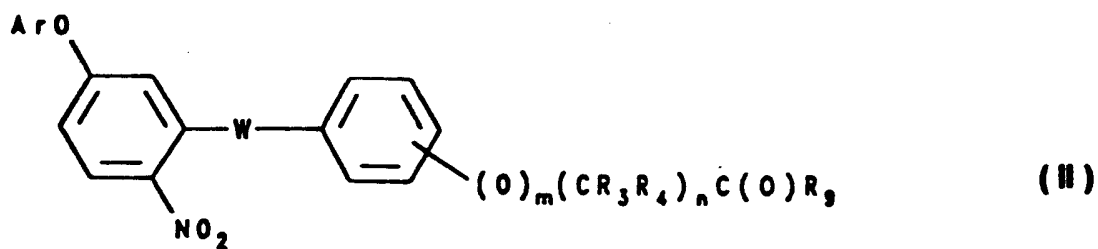
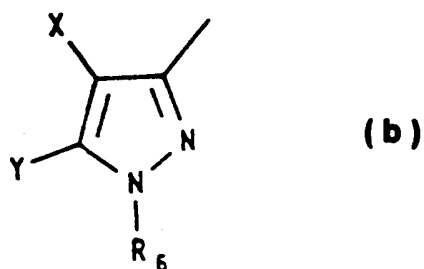
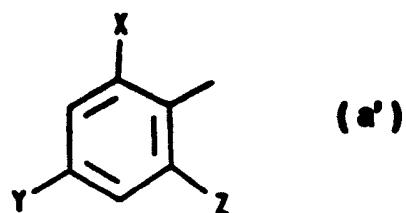
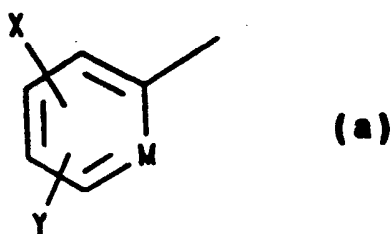
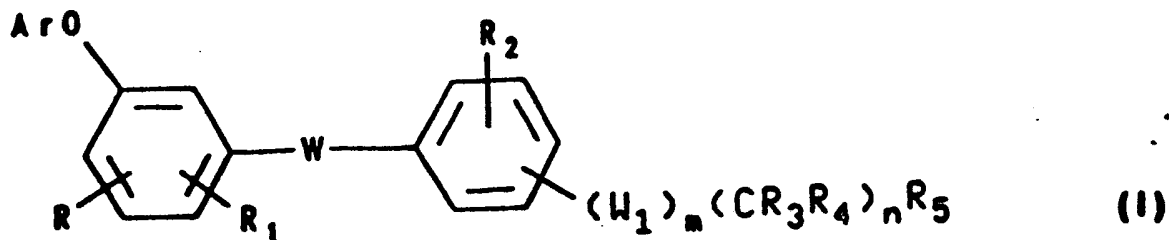
Dr. Valyonné T. Elvira

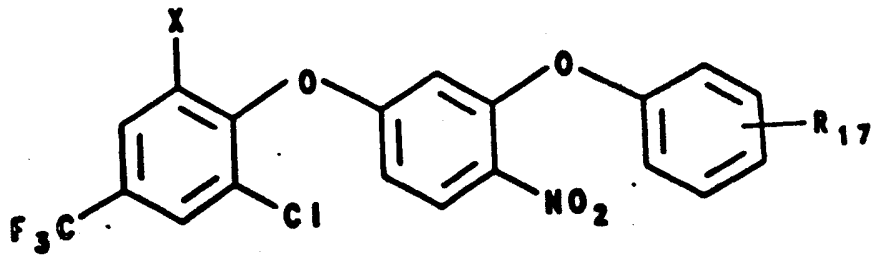
szabadalmi ügyvivő

P 94 02891

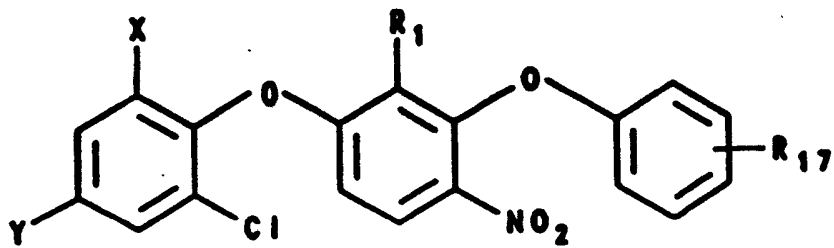
A
KÖZZETETELI
PÉLDÁNY

110000
69022
30/1

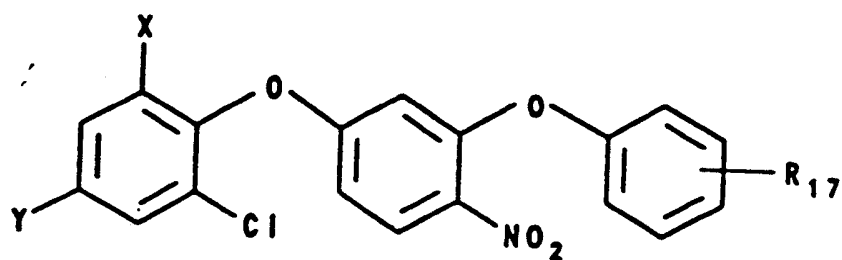
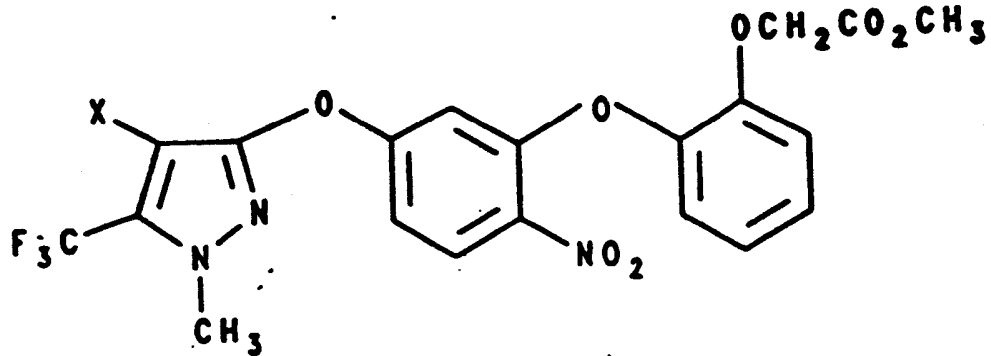
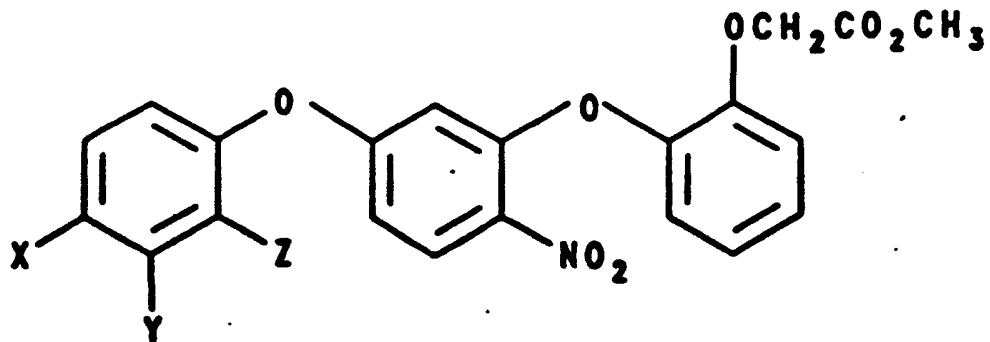




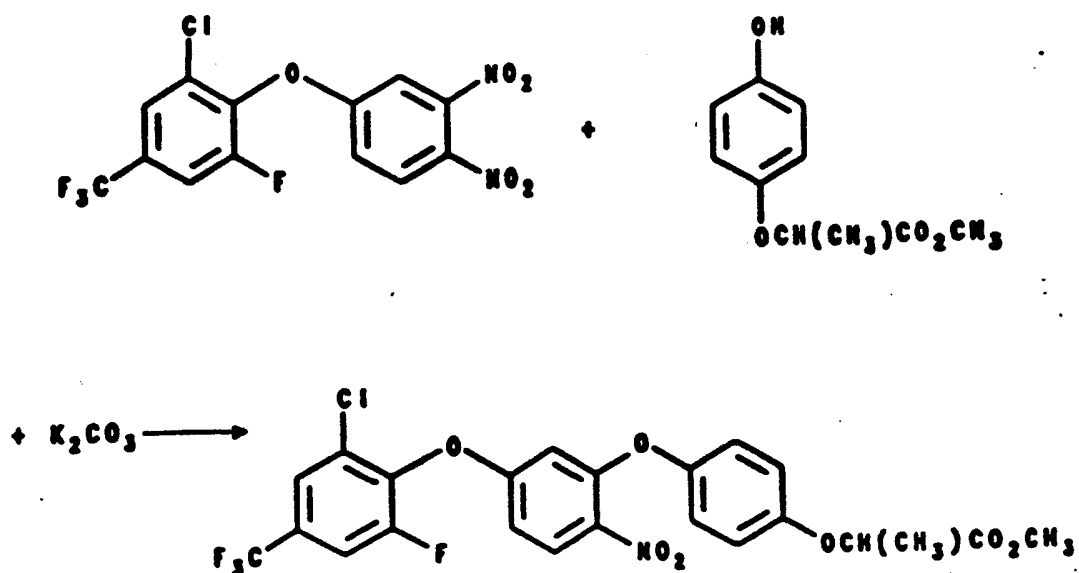
(h)



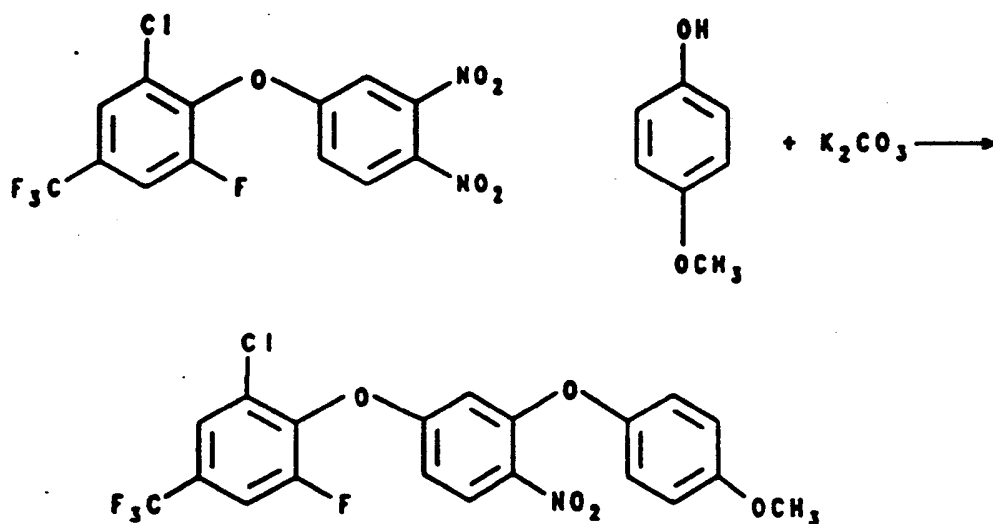
(b)



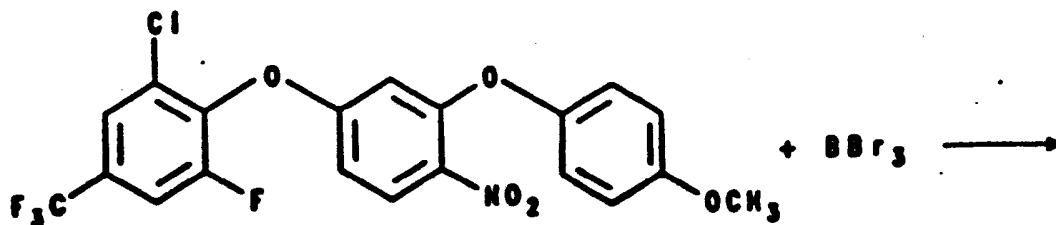
1p) reakcióvázlat



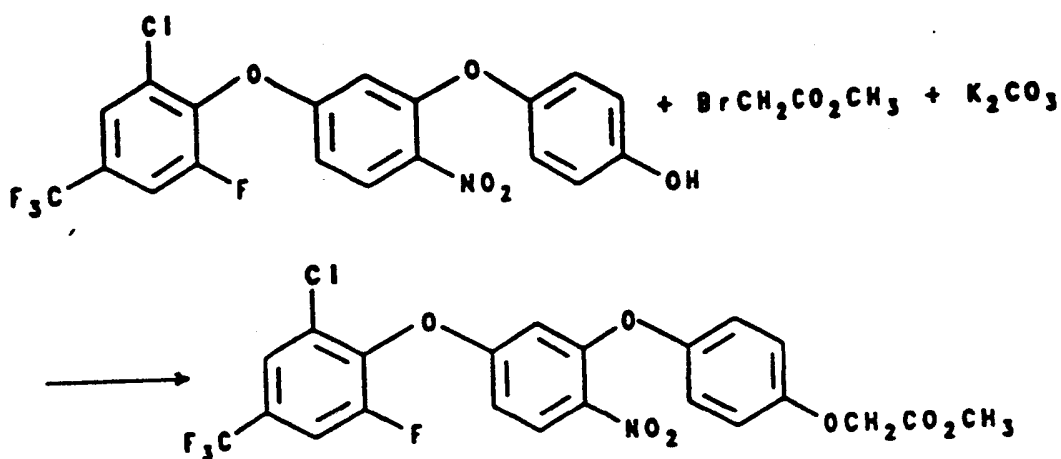
2p) reakcióvázlat



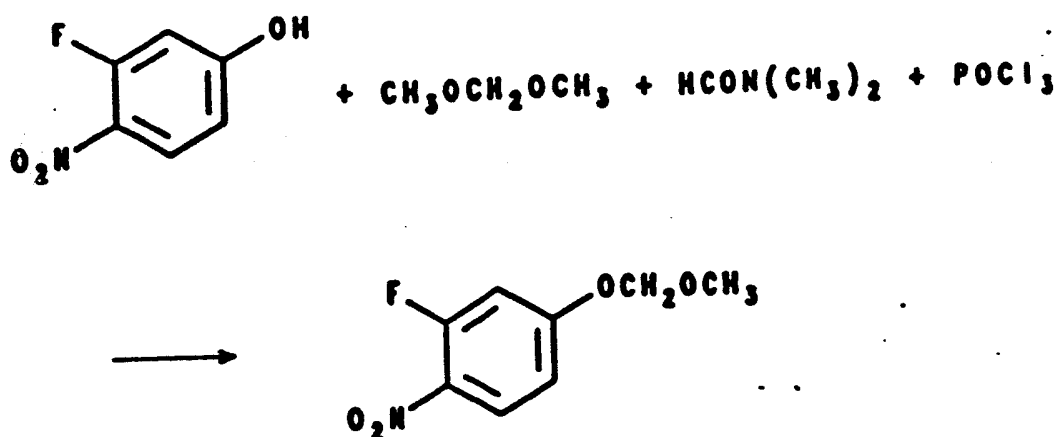
3p) reakcióvázlat



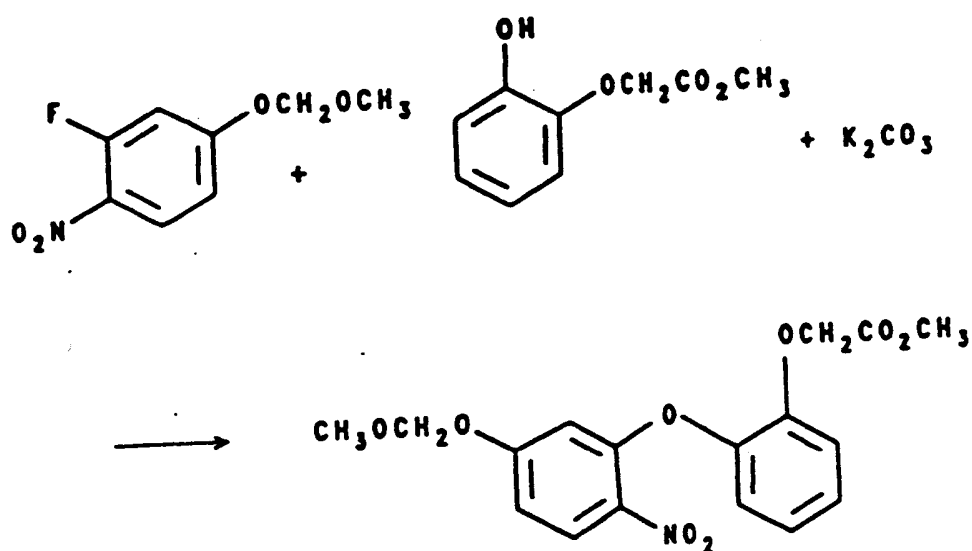
4p) reakcióvázlat



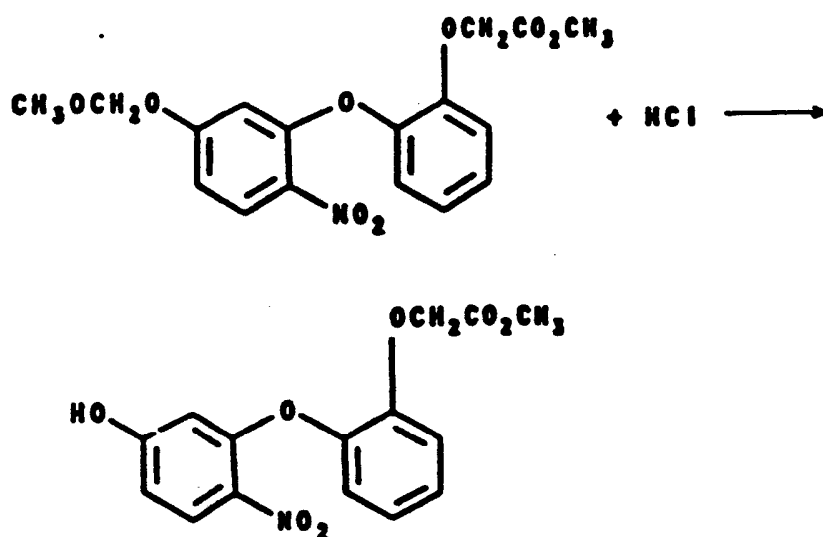
5p) reakcióvázlat



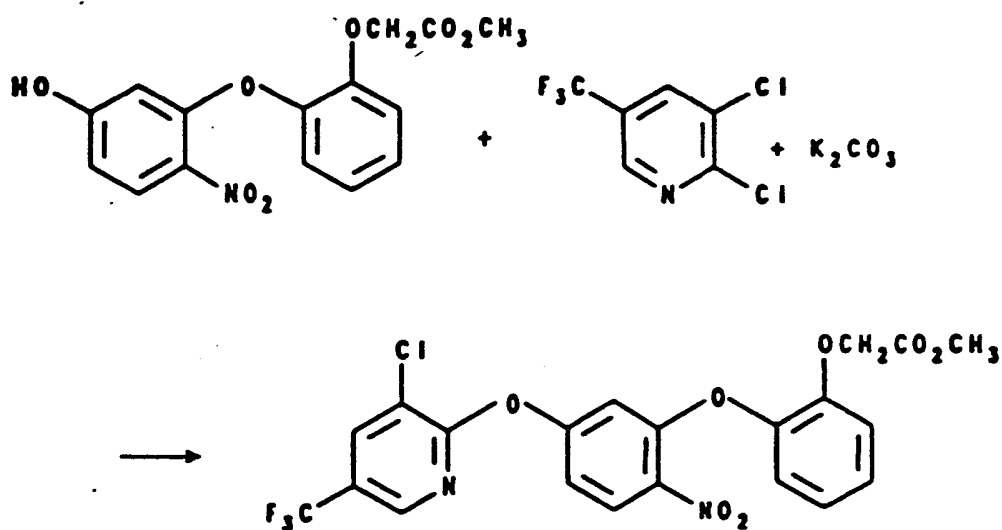
6p) reakcióvázlat



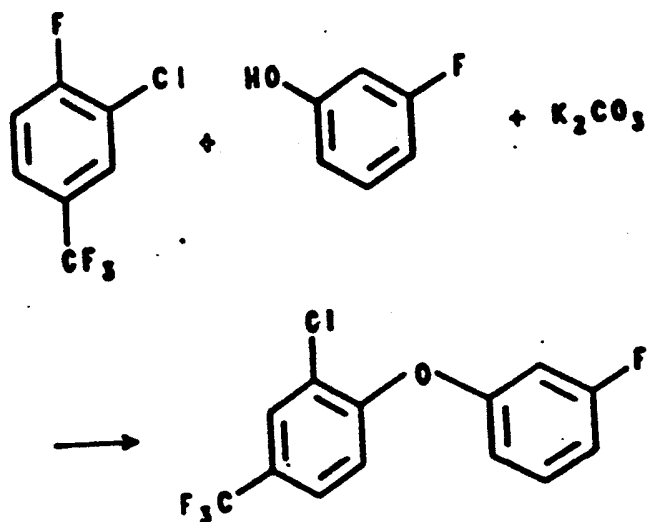
7p) reakcióvázlat



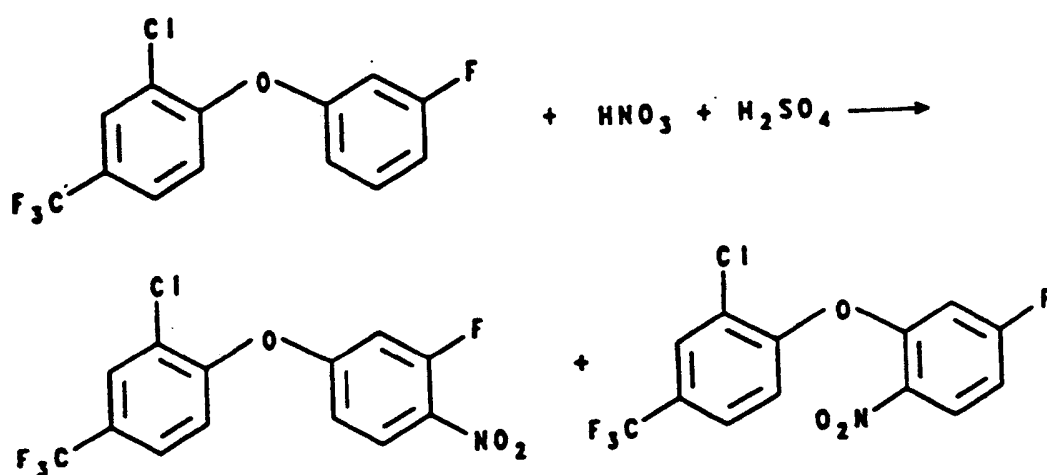
8p) reakcióvázlat



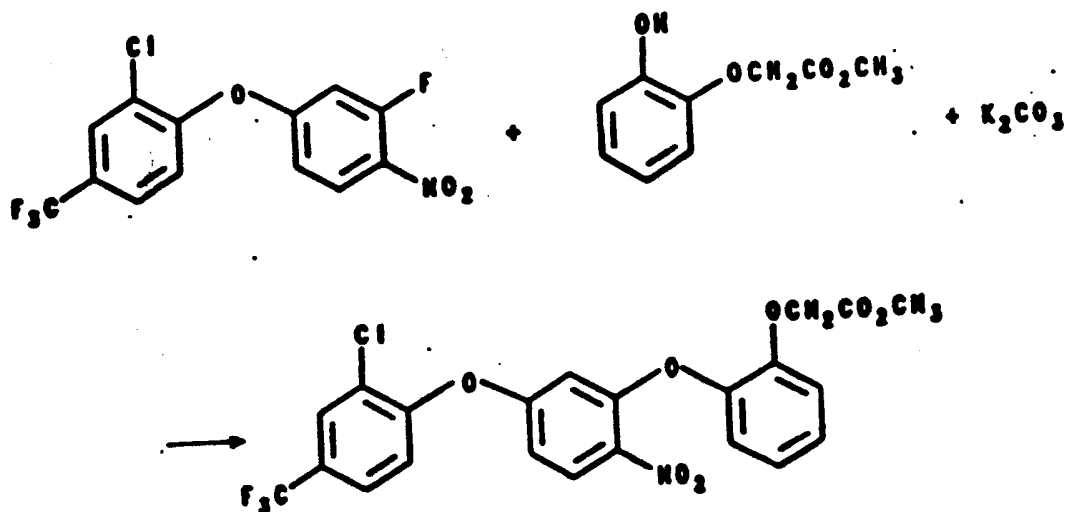
9p) reakcióvázlat



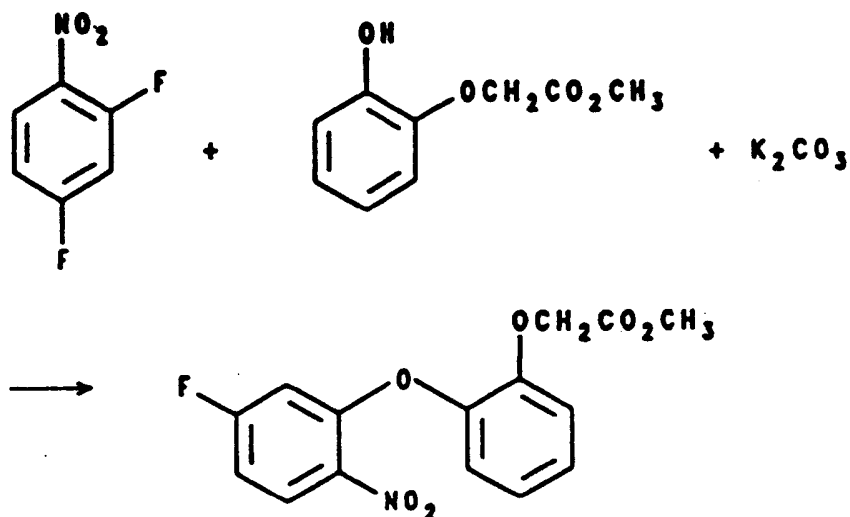
10p) reakcióvázlat



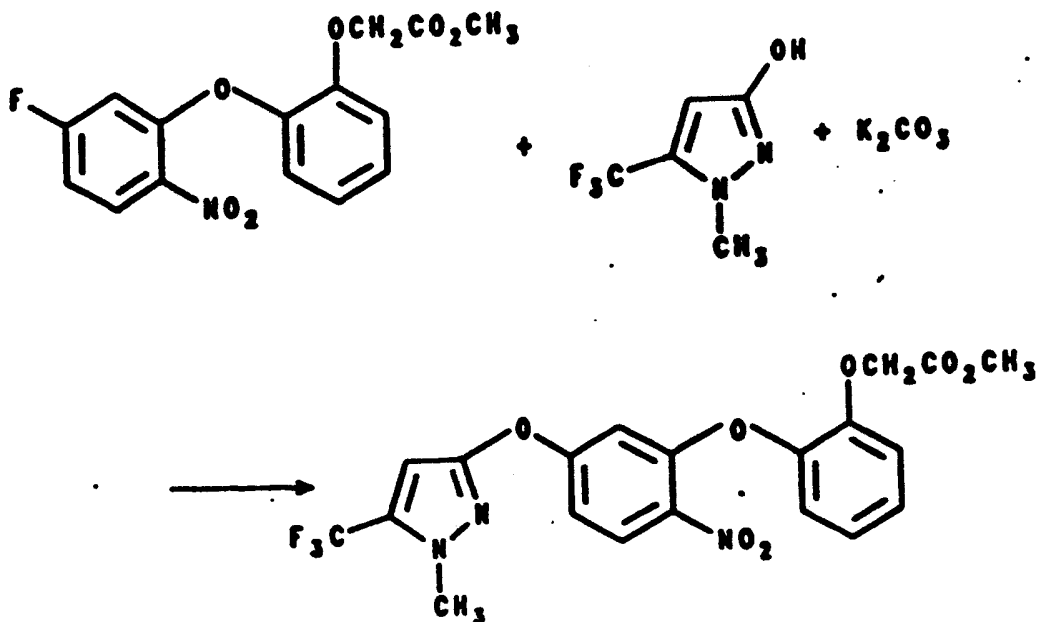
11p) reakcióvázat



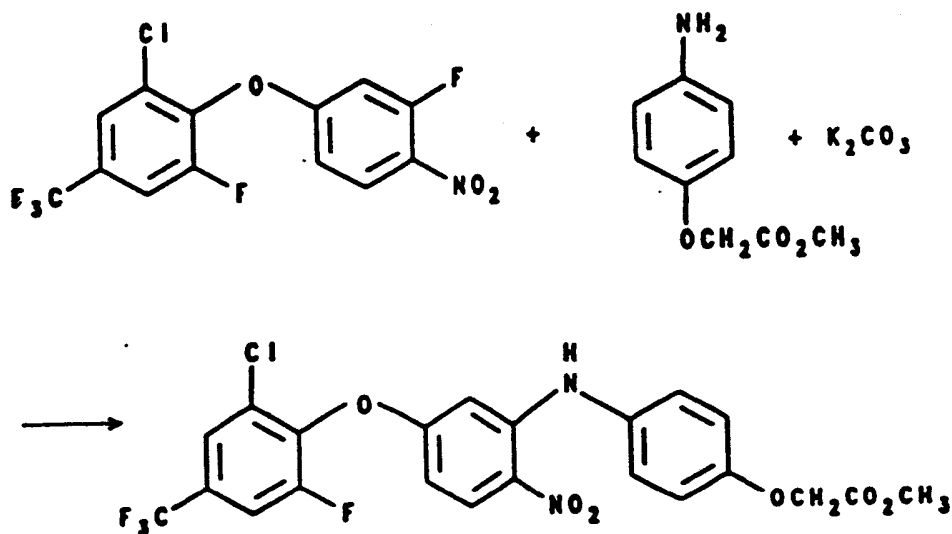
12p) reakcióvázat



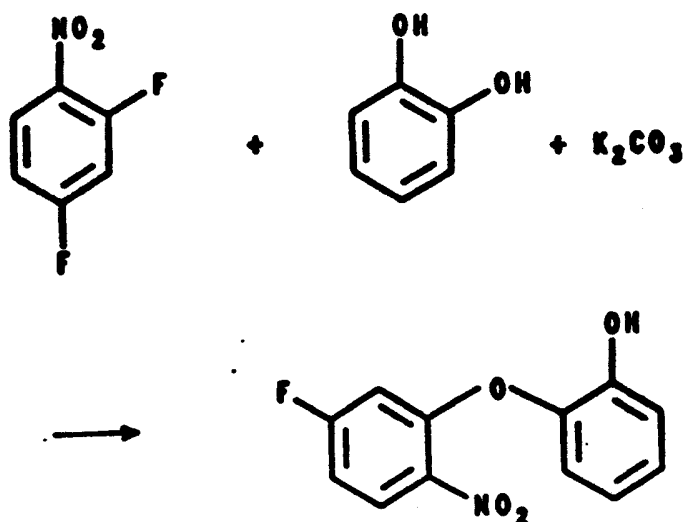
13p) reakcióvázlat



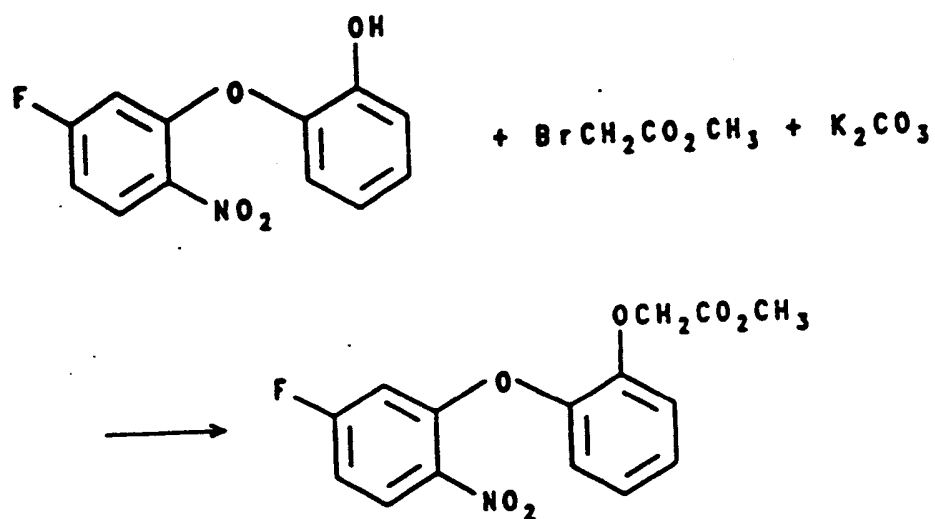
14p) reakcióvázlat



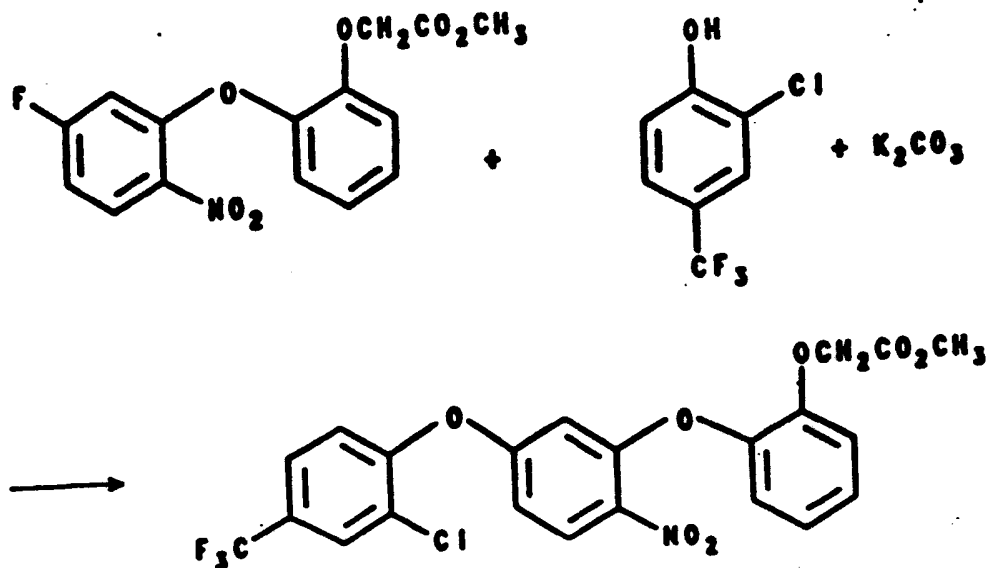
15p) reakcióvázlat



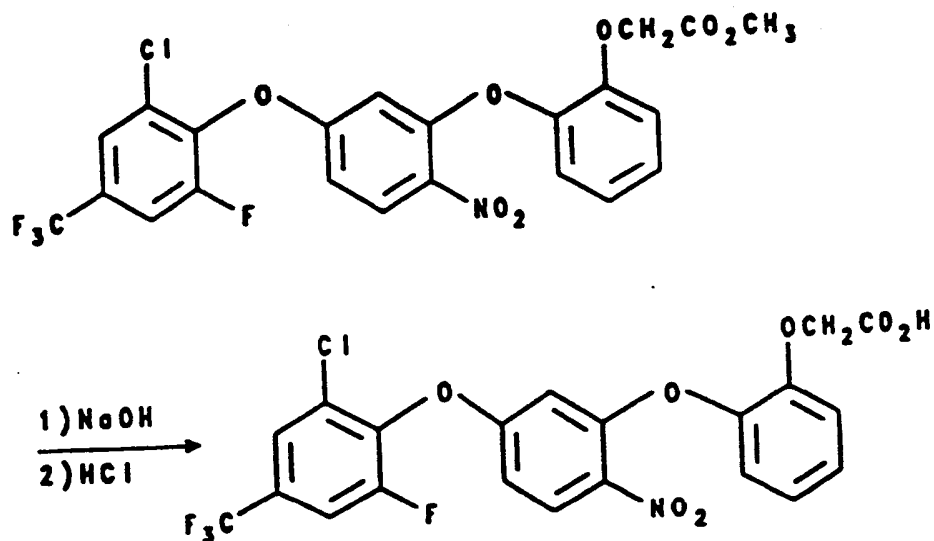
16p) reakcióvázlat



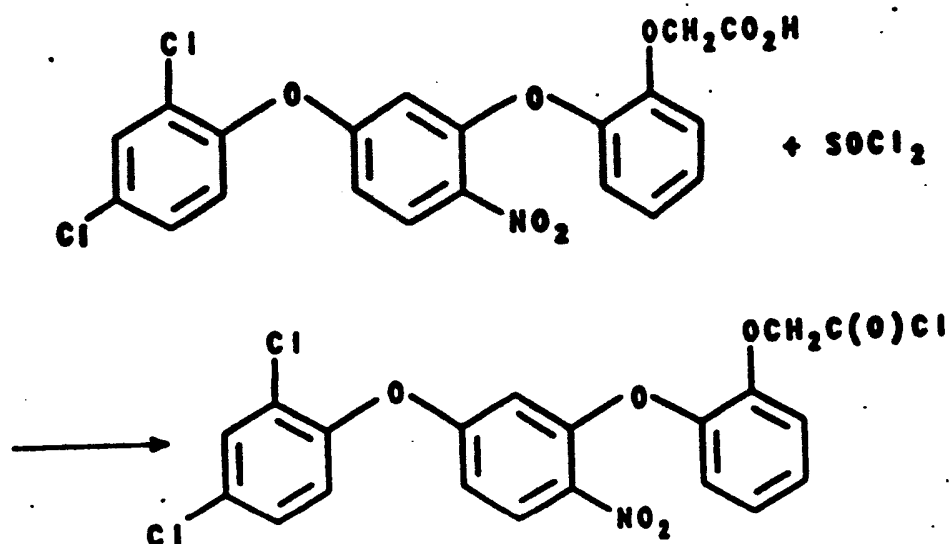
17p) reakcióvázlat



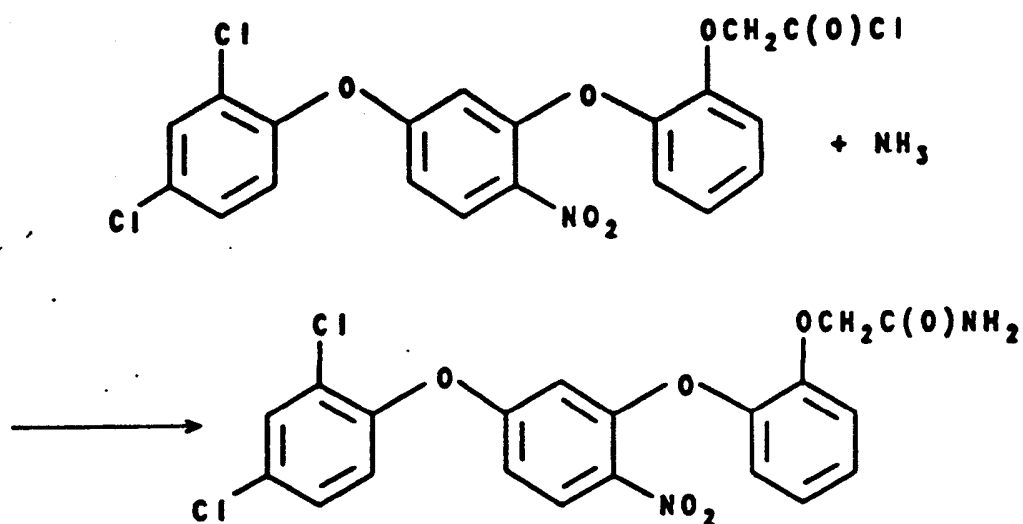
18p) reakcióvázlat



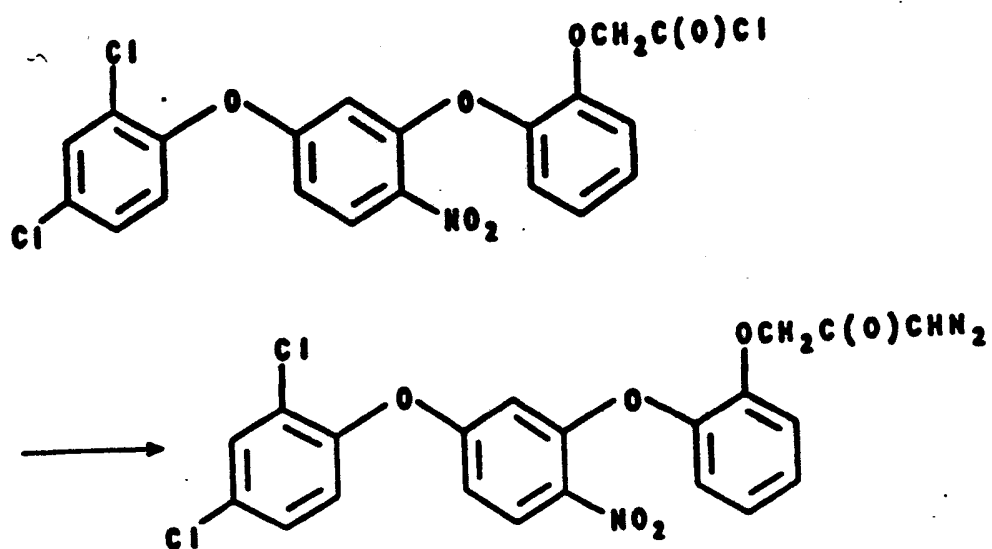
19p) reakcióvázlat



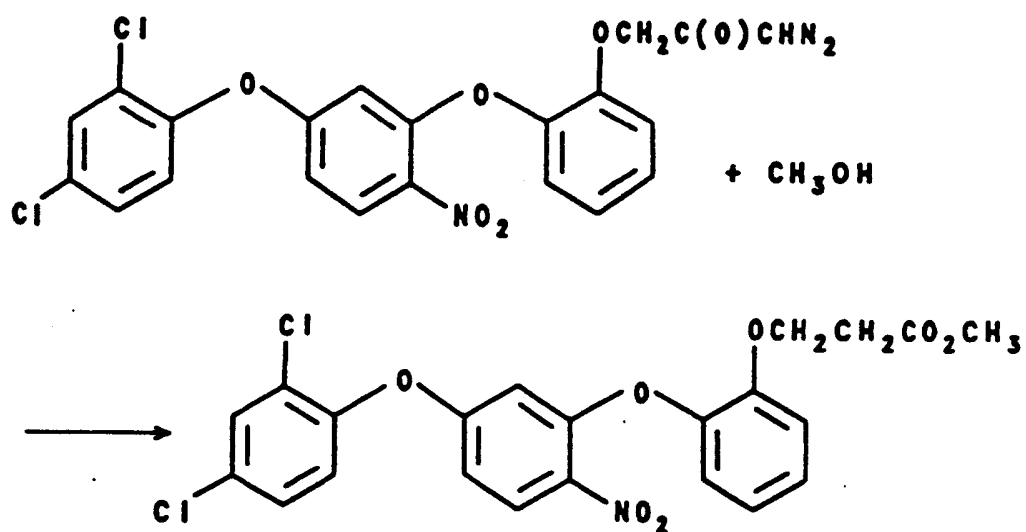
20p) reakcióvázlat



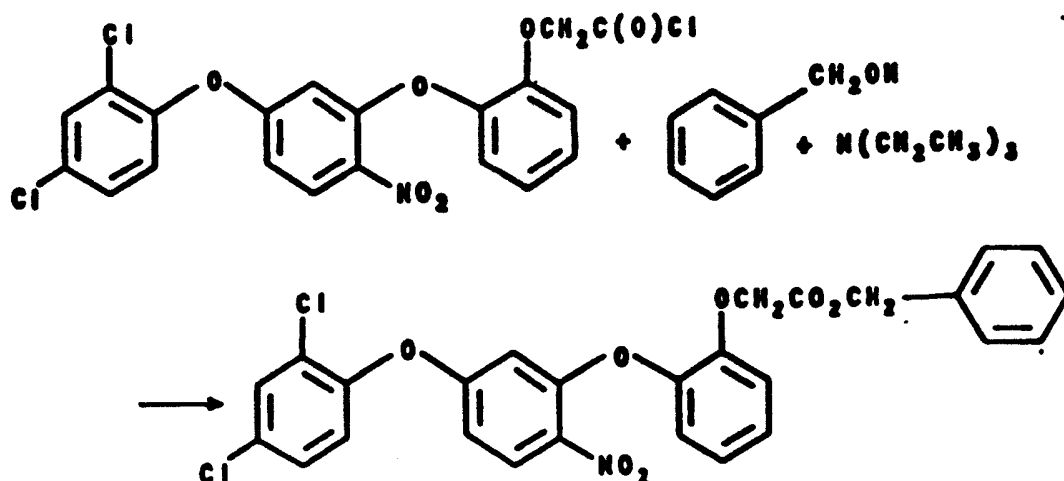
21p) reakcióvázlat



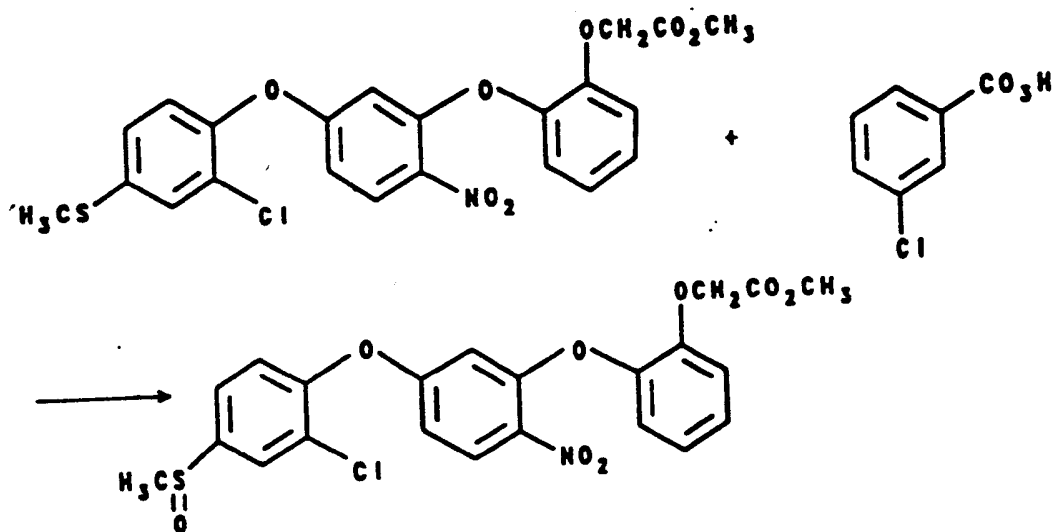
22p) reakcióvázlat



23p) reakcióvázlat

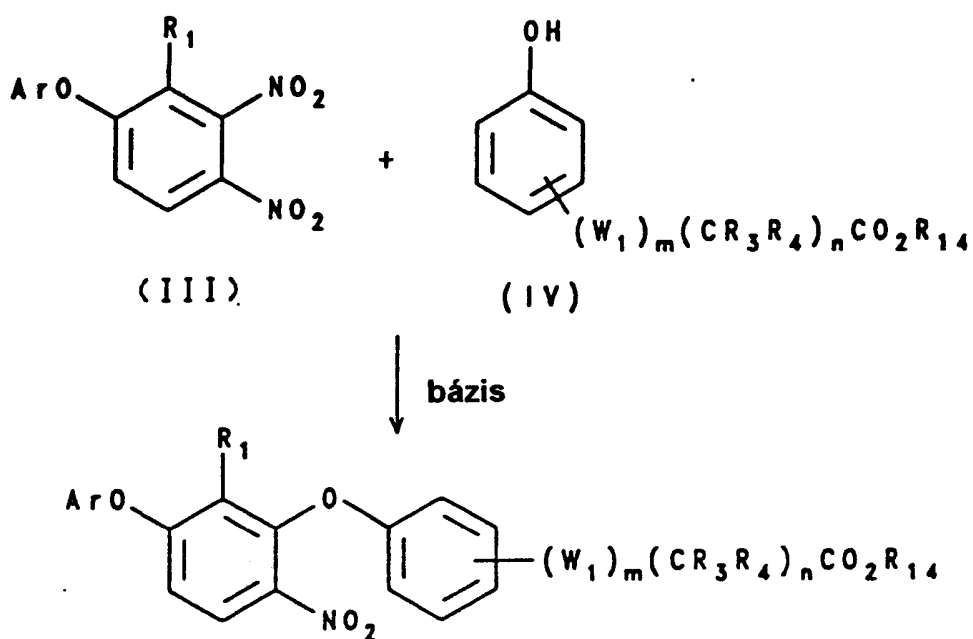


24p) reakcióvázlat



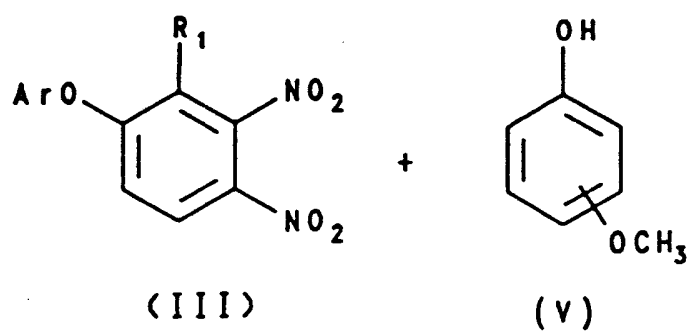
P 94 02891

I) reakcióvázlat

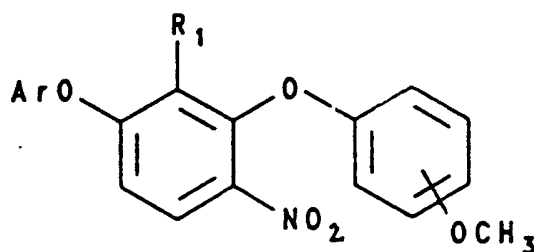


P 94 02891

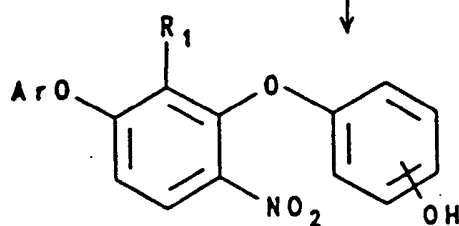
II) reakcióvázlat



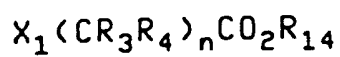
↓
bázis



↓
BBr₃

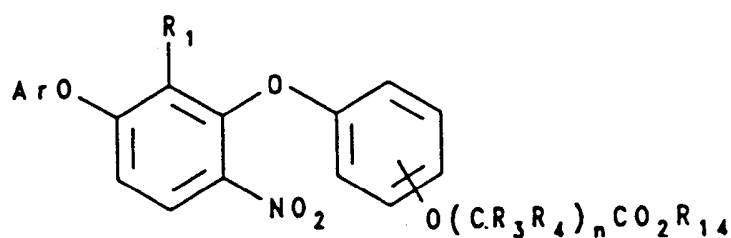


↓
bázis



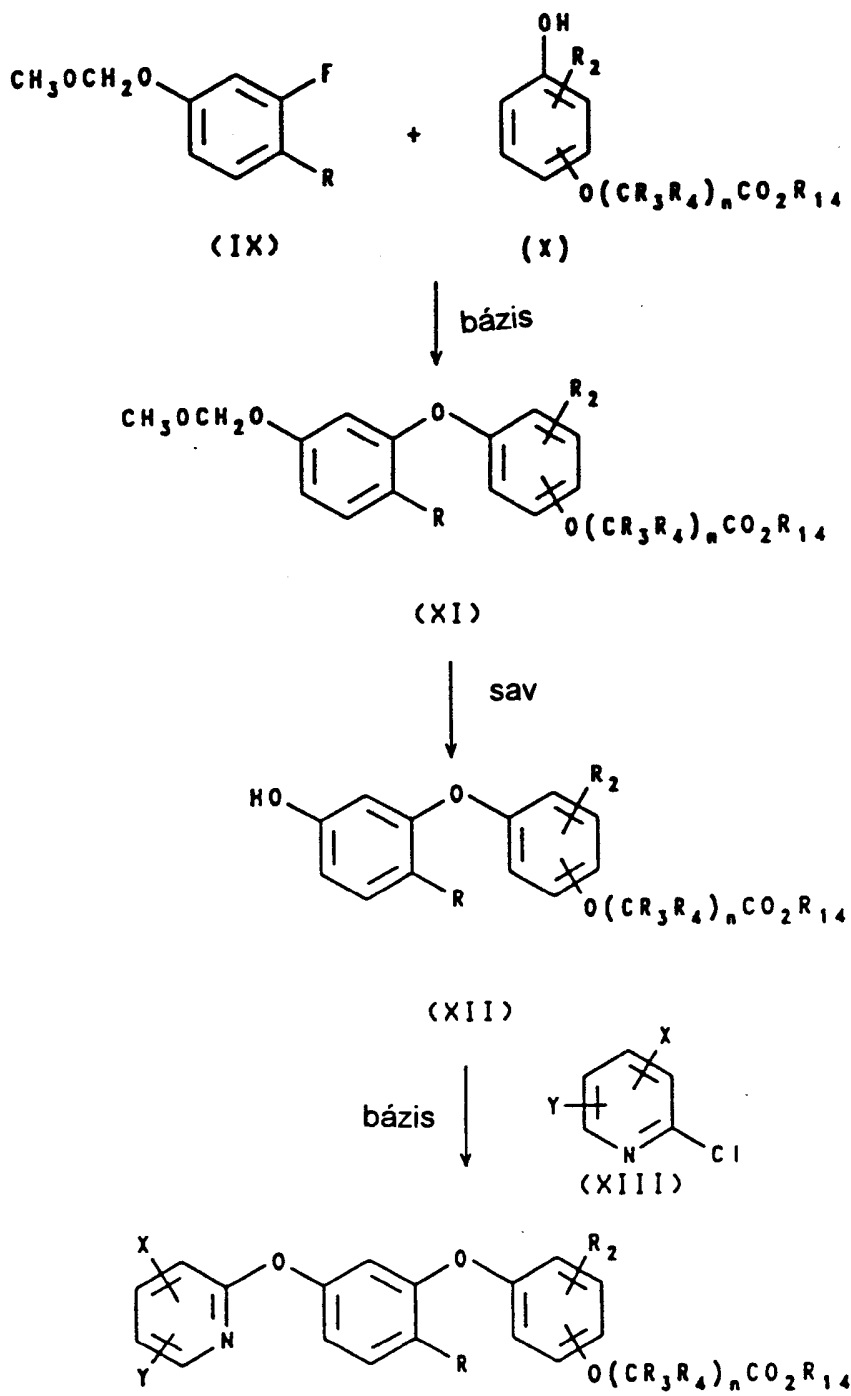
(VIII)

(X₁=Cl, Br vagy I)



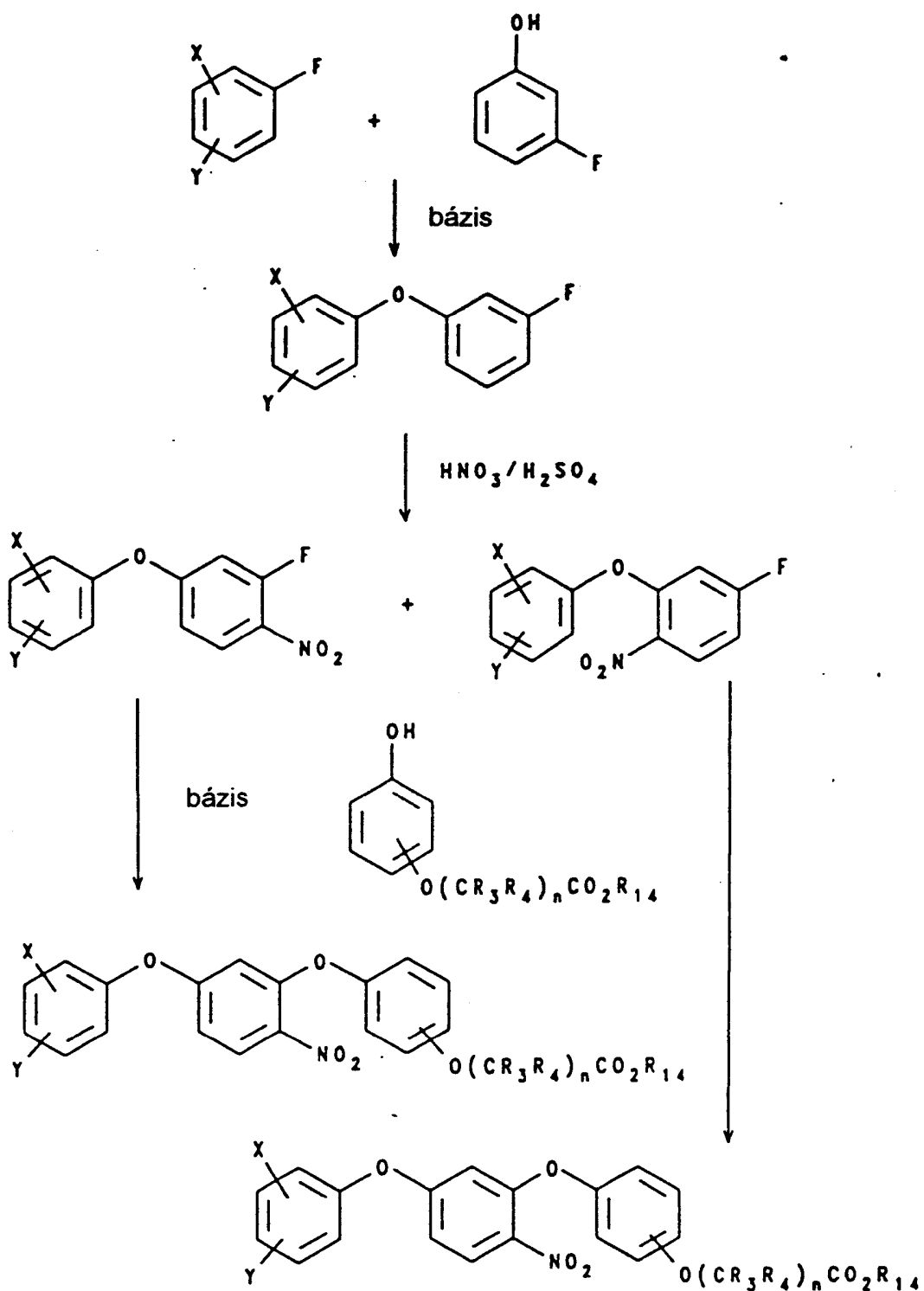
P 94 02891

III) reakcióvázlat



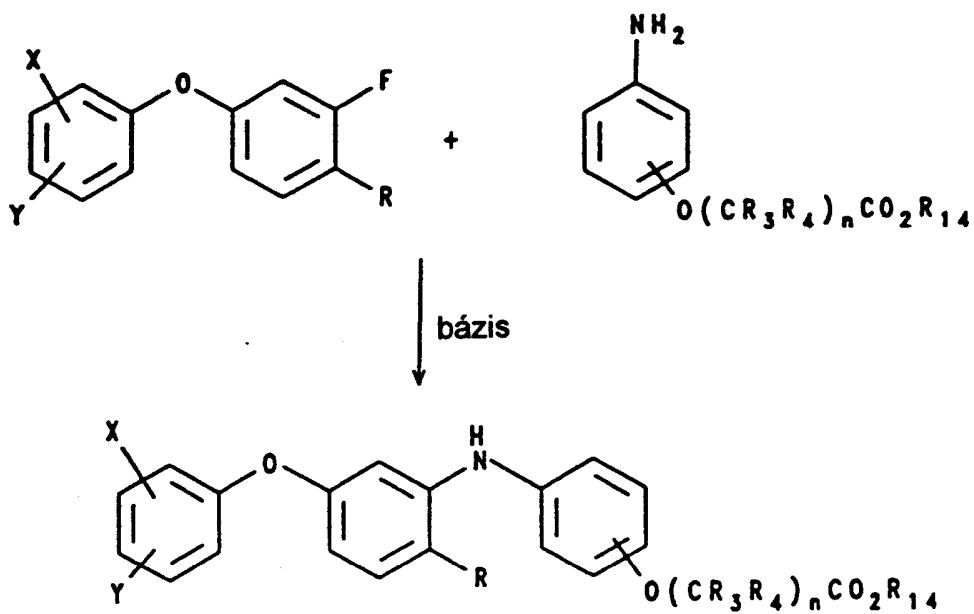
P 94 02891

IV) reakcióvázlat



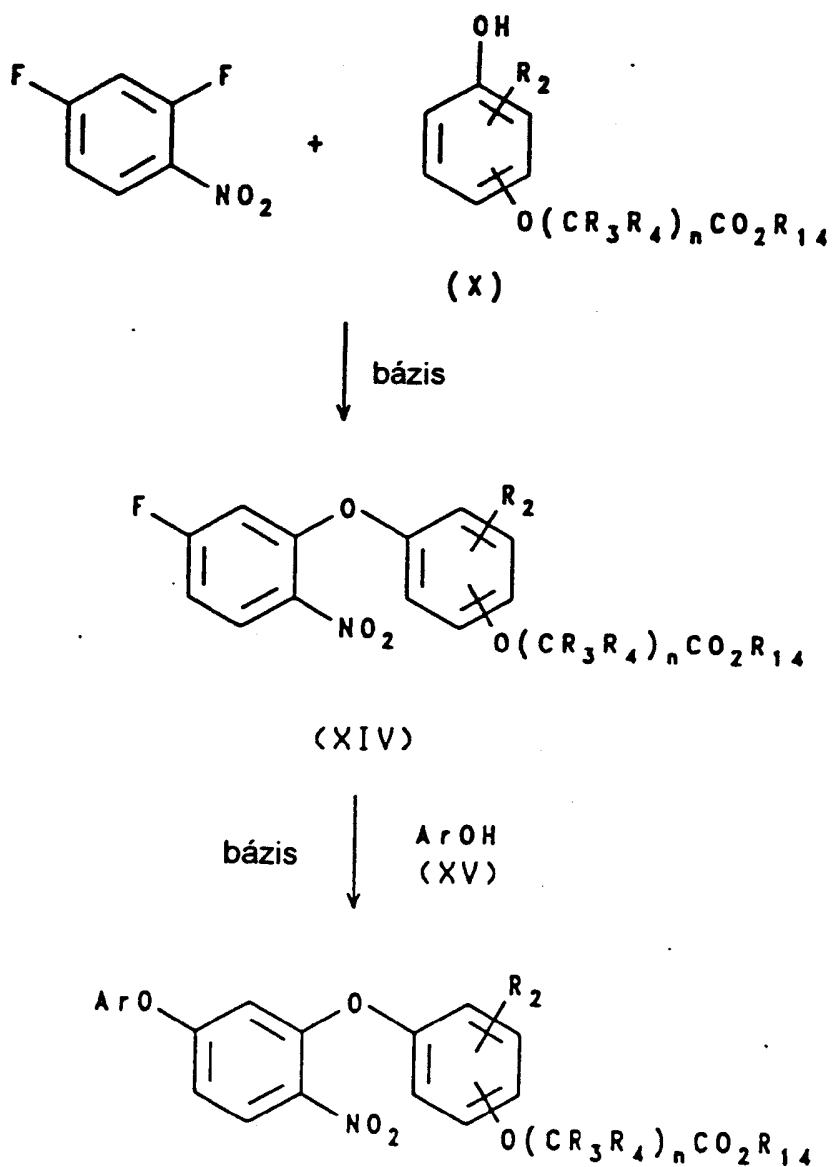
P 94 02891

V) reakcióvázlat



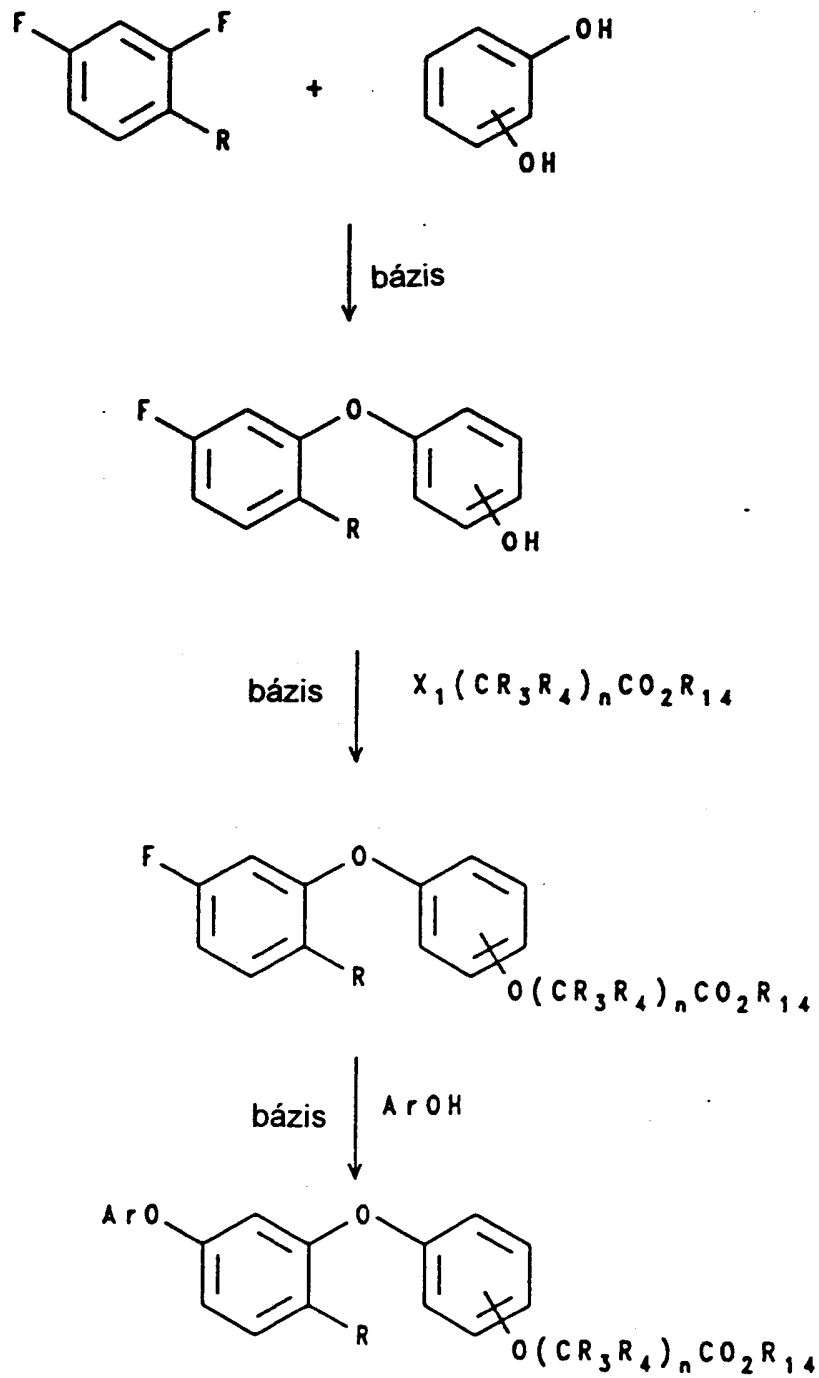
P 94 02891

VI) reakcióvázlat



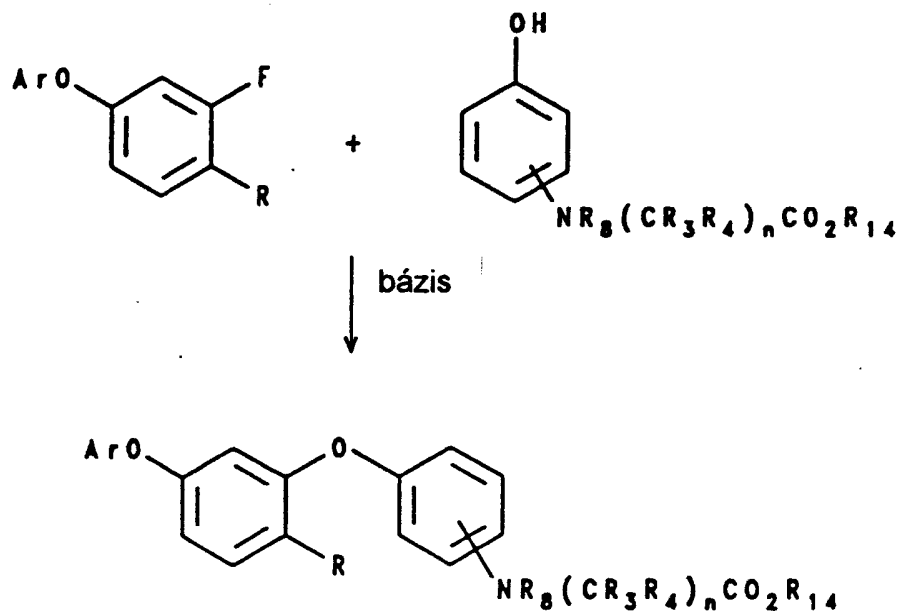
P 94 02891

VII) reakcióvázlat



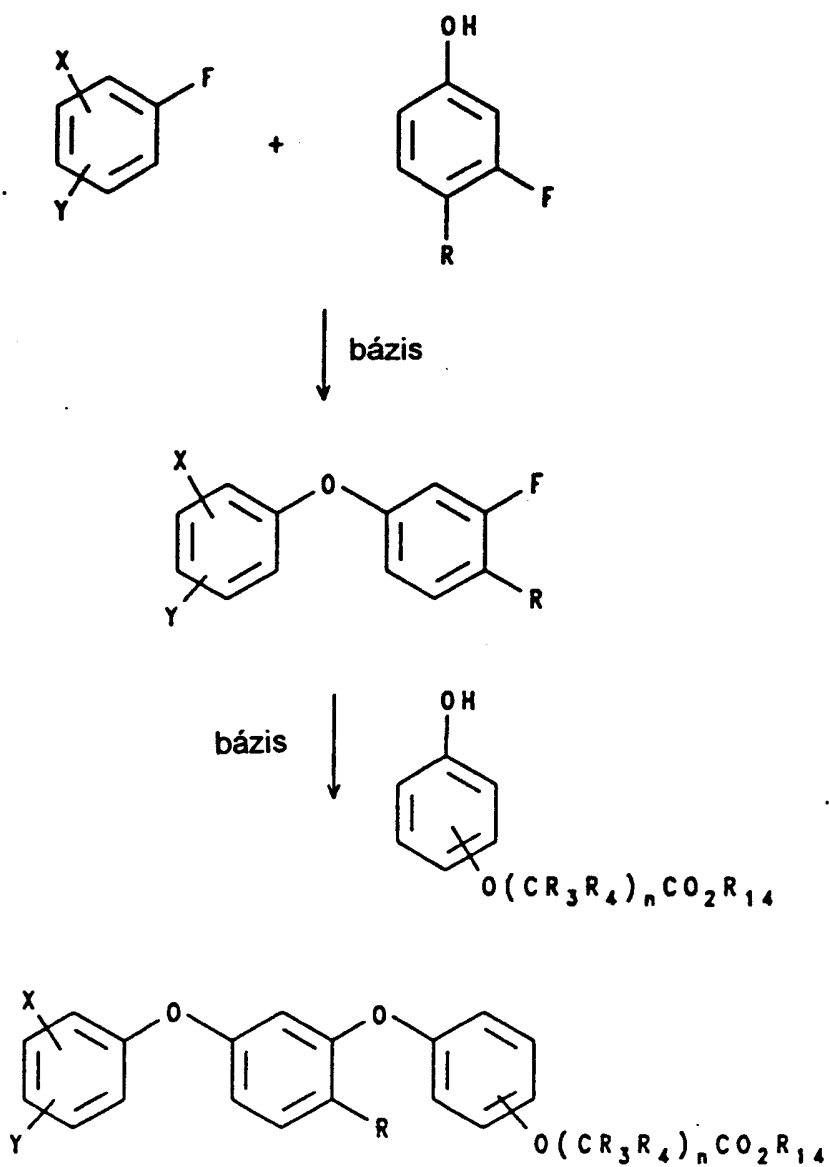
P 94 02891

VIII) reakcióvázlat



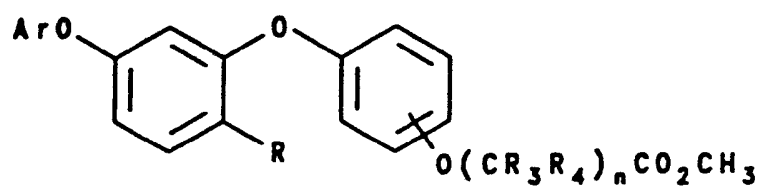
P 94 02891

IX) reakcióvázlat

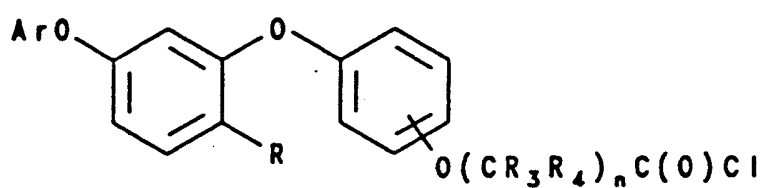


P 94 02891

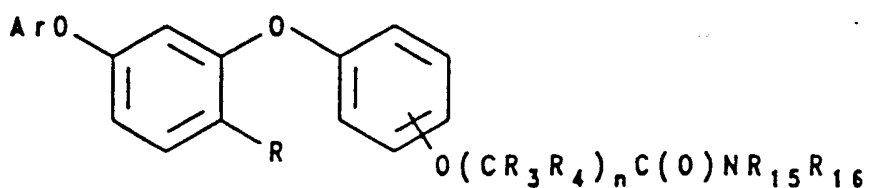
X) reakcióvázlat



↓
1. bázis
2. SOCl_2

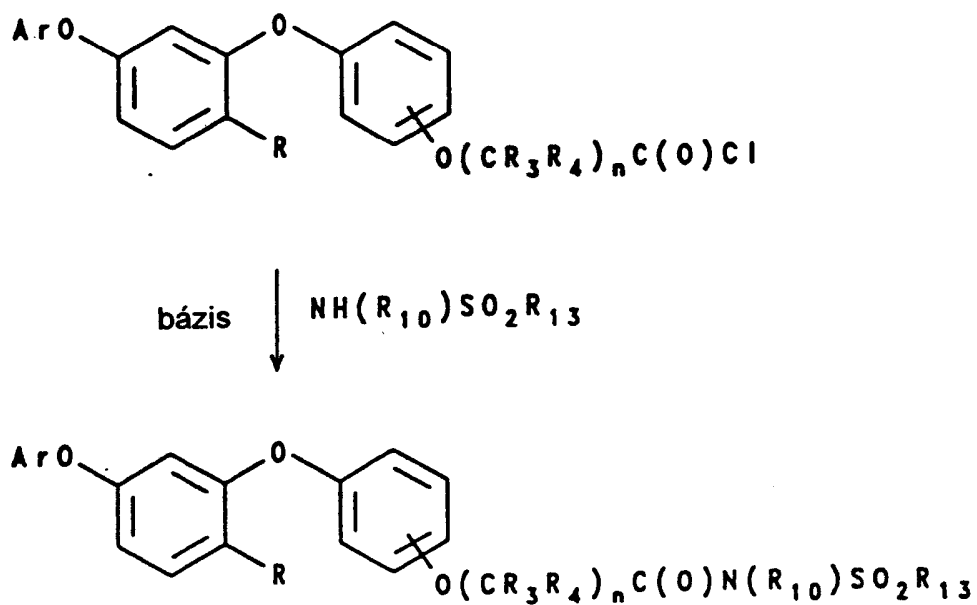


↓
 $\text{NHR}_{15}\text{R}_{16}$,
bázis

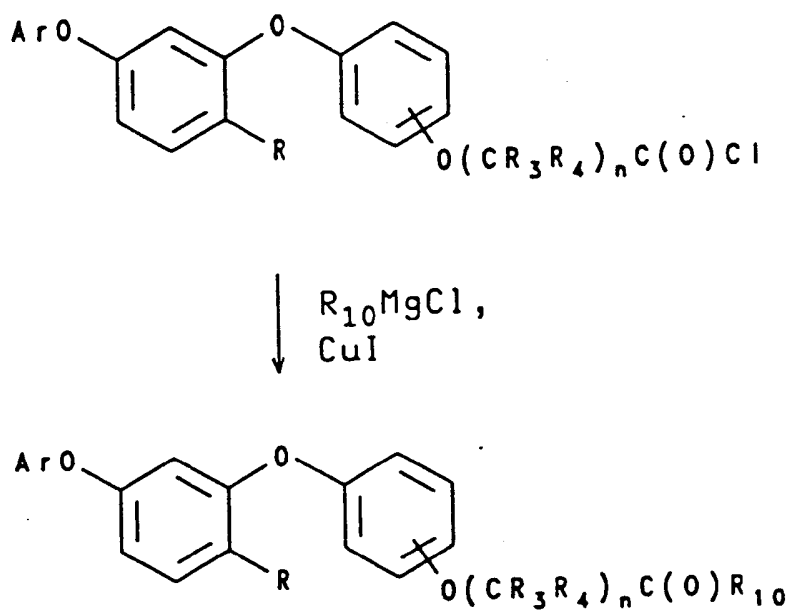


P 94 02891

XI) reakcióvázlat

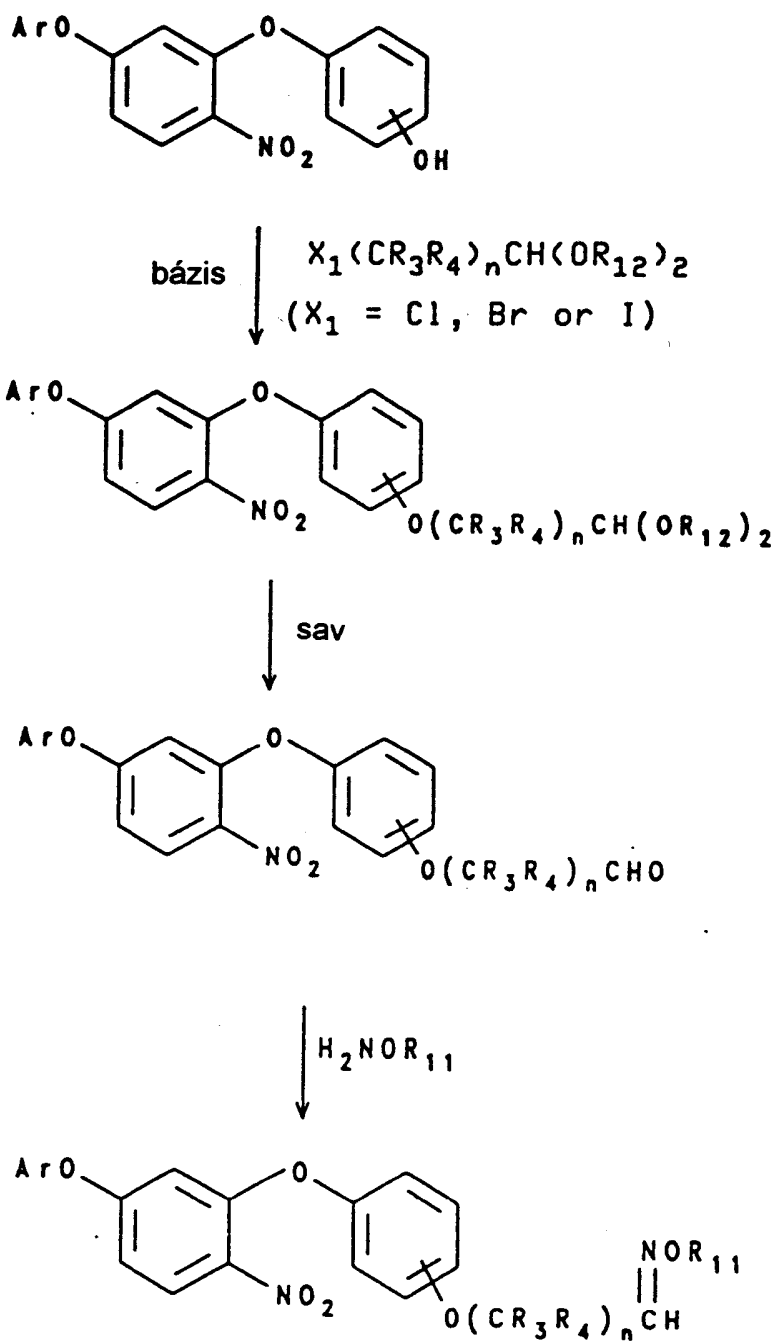


XII) reakcióvázlat



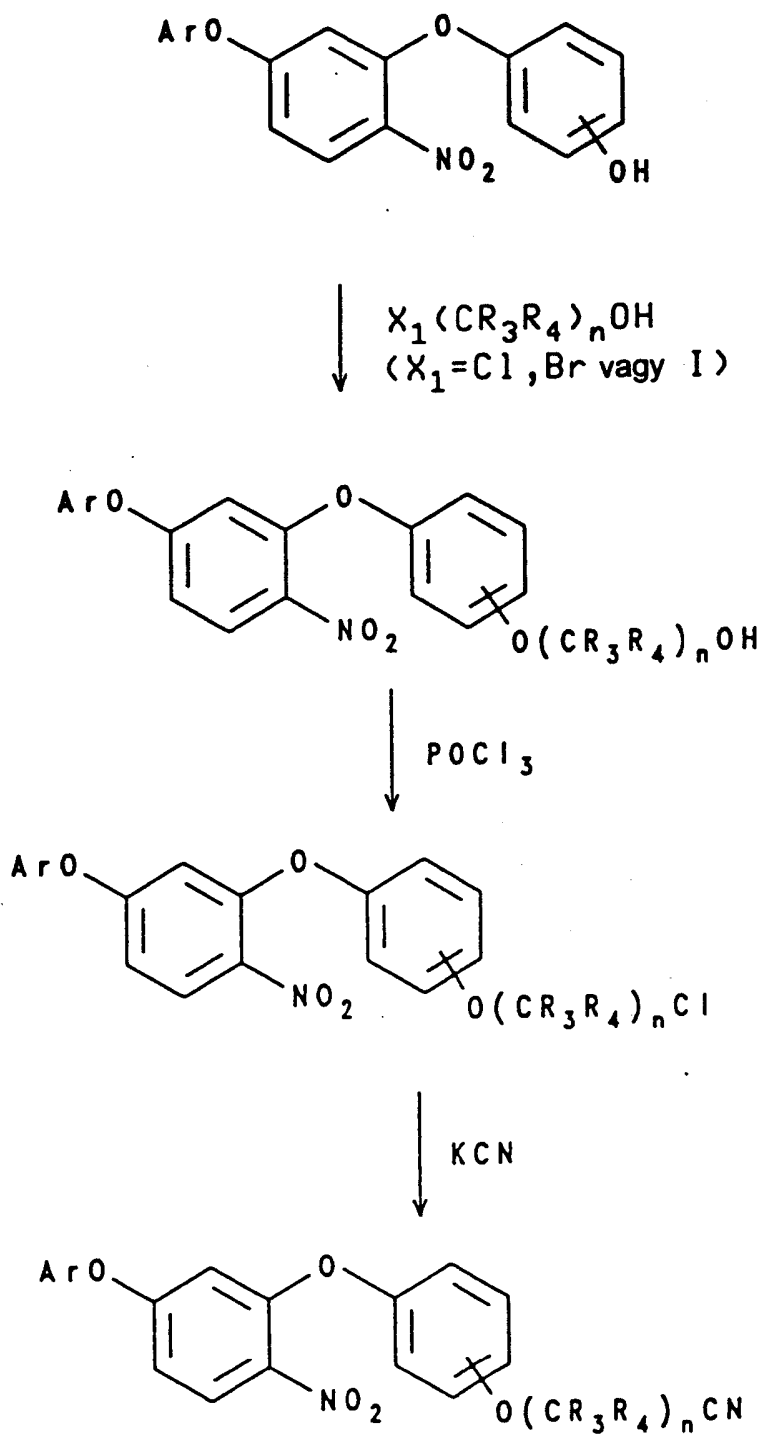
P 94 02891

XIII) reakcióvázlat



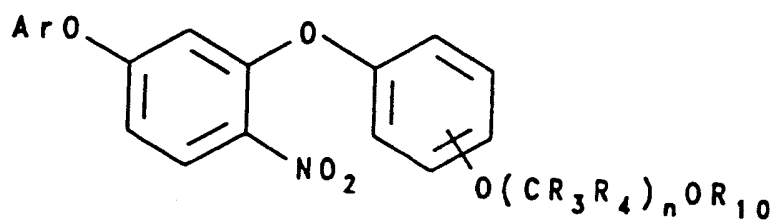
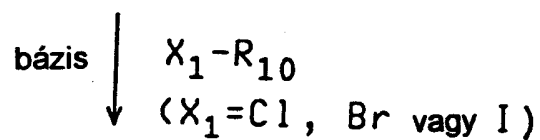
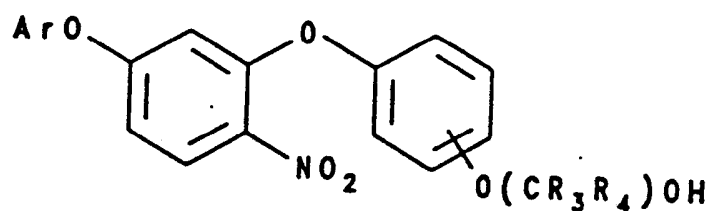
P 94 02891

XIV) reakcióvázlat

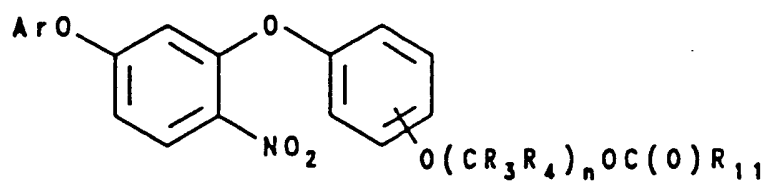
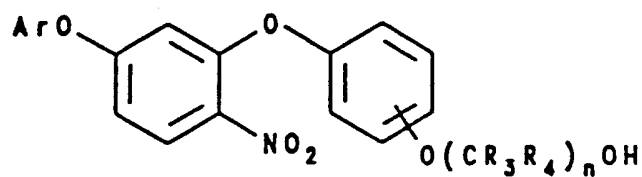


P 94 02891

XV) reakcióvázlat

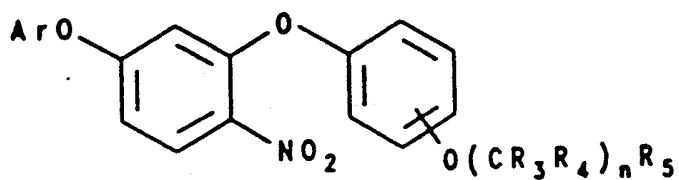
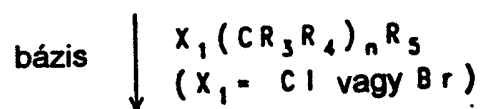
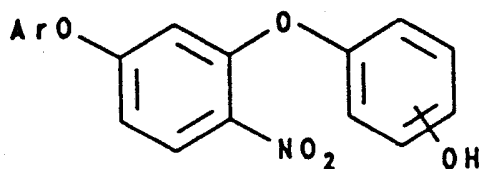


XVI) reakcióvázlat



P 94 02891

XVII) reakcióvázlat



XVIII) reakcióvázlat

