

# POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

209924

(11) (B2)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
A 01 N 39/02



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 10 05 79

(21) (PV 3203-79)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 10 05 78  
(54458), od 13 09 78 (112630)  
a od 19 12 78 (157180) Japonsko

(40) Zveřejněno 31 03 81

(45) Vydáno 15 06 84

(72)

Autor vynálezu

MAEDA KUNIYASU, YOKOHAMA, KAERIYAMA MINORU, ODAWARA,  
MATSUI NOBUO, NAKA, ISHIKAWA HISAO, ODAWARA, YAMADA SHOZO,  
HIRATSUKA, OKUNUKI SUSUMU, NAKA (Japonsko)

(73)

Majitel patentu

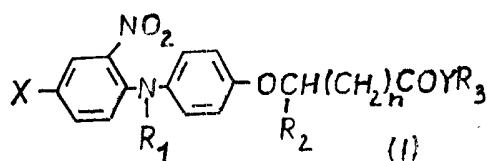
NIPPON SODA COMPANY LIMITED, TOKIO (Japonsko)

## (54) Herbicidní prostředek a způsob výroby jeho účinné složky

1

2

Vynález se týká herbicidního prostředku a způsobu výroby jeho účinné složky. Účinnou složkou herbicidního prostředku podle vynálezu jsou deriváty difenylaminu obecného vzorce I



kde

X představuje trifluormethylskupinu nebo halogen,

R<sub>1</sub> představuje vodík, C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub> alkyl-, C<sub>3</sub>—C<sub>5</sub> alkenyl- nebo benzylskupinu,

R<sub>2</sub> představuje C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub> alkylskupinu,

R<sub>3</sub> představuje vodík, C<sub>1</sub>—C<sub>18</sub> alkylskupinu nebo alkalický kov,

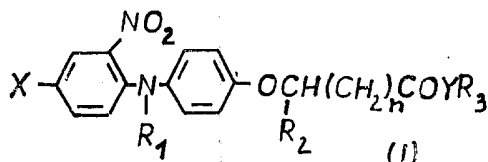
Y představuje kyslík, nebo když znamená R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> C<sub>1</sub>—C<sub>3</sub> alkylskupinu, R<sub>3</sub> C<sub>1</sub>—C<sub>3</sub> alkylskupinu, n číslo 0 a X má shora uvedený význam, představuje Y také síru, a

n představuje číslo 0, nebo když znamená X trifluormethylskupinu, R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> C<sub>1</sub>—C<sub>3</sub> alkylskupinu, R<sub>3</sub> C<sub>1</sub>—C<sub>3</sub> alkylskupinu a Y kyslík, také číslo 2,

přičemž s výhodou představuje X trifluormethyl, R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> methyl a Y kyslík.

Vynález se týká herbicidního prostředku obsahujícího jako účinnou složku dále definované difenylaminy a způsobu výroby těchto difenylaminů.

Předmětem vynálezu je herbicidní prostředek sestávající z účinného množství účinné složky a z nosiče, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I



kde

X představuje trifluormethylskupinu nebo halogen,

R<sub>1</sub> představuje vodík, C<sub>1</sub>–C<sub>5</sub> alkyl-, C<sub>3</sub>–C<sub>5</sub> alkenyl- nebo benzylskupinu,

R<sub>2</sub> představuje C<sub>1</sub>–C<sub>5</sub> alkylskupinu,

R<sub>3</sub> představuje vodík, C<sub>1</sub>–C<sub>18</sub> alkylskupinu nebo alkalický kov,

Y představuje kyslík, nebo když znamená R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu, R<sub>3</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu, n číslo 0 a X má shora uvedený význam, představuje Y také síru a

n představuje číslo 0 nebo když znamená X trifluormethylskupinu, R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu, R<sub>3</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu a Y kyslík, také číslo 2.

Ze sloučenin, které jsou analogické účinné složce herbicidního prostředku podle vynálezu a které mají herbicidní účinnost, je dobře známá 2,4-D-[2,4-dichlorethoxyoctová kyselina), ale tato sloučenina nemá téměř žádnou herbicidní účinnost proti travním plevelům. V japonské zveřejněné patentové přihlášce (bez průzkumu) č. 136 138/1977 je dále uvedeno, že deriváty m-anilinofoxypropionové kyseliny jsou užitečné jako léčiva a je tam také uvedeno, že m-anilinosloučeniny jsou herbicidně účinné proti travním plevelům.

Nyní se v souvislosti s vynálezem zjistilo, že z derivátů anilinofoxykarboxylových kyselin mají vynikající herbicidní účinnost p-anilinosloučeniny podle vynálezu.

Sloučeniny obecného vzorce I mohou být obzvláště účinné při potlačování travních plevelů, jako je ježatka kuří noha (Echino-

chloa crus-galli), psárka polní (Alopecurus myosuroides), rosička krvavá (Digitaria sanguinalis), oves hluchý (Avena fatua) a čirok halepský (Sorghum halepense) a téměř nepoškozuji rostliny rýže a širokolisté plodiny, jako jsou boby, hrách, ředkev, řepa a okurky, které snadno trpí fyto toxicitou.

Kromě herbicidní účinnosti jsou sloučeniny podle vynálezu také fungicidně účinné. Kromě toho jsou sloučeniny podle vynálezu také analgeticky, antihypertenzně, protizánětlivě a antibioticky účinné, a jsou proto užitečné jako léčiva.

V obecném vzorci I představuje přednostně

R<sub>1</sub> vodík nebo alkylskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

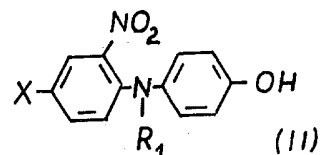
R<sub>2</sub> alkylskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

R<sub>3</sub> alkyl s 1 až 3 atomy uhlíku a

n číslo 0.

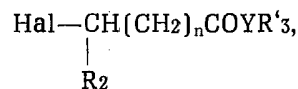
S výhodou představuje X trifluormethylskupinu, R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> methylskupinu a Y kyslík.

Podle vynálezu se sloučeniny obecného vzorce I připravují tak, že se sloučenina obecného vzorce II



kde

X a R<sub>1</sub> mají význam uvedený shora, nechá reagovat se sloučeninou obecného vzorce



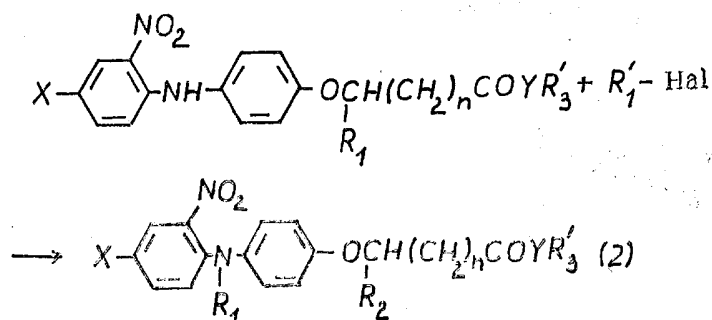
kde

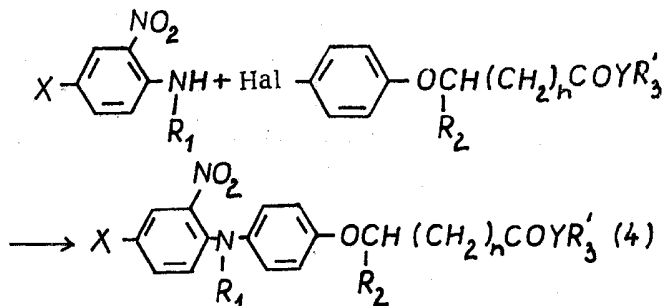
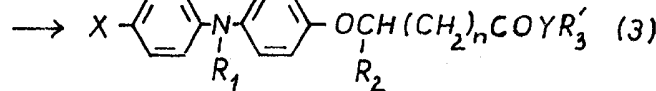
X, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, Y a n mají shora uvedený význam,

Hal představuje halogen a

R<sub>3</sub>' představuje C<sub>1</sub>–C<sub>5</sub> alkylskupinu v inertním organickém rozpouštědle, popřípadě za přidání alkalického kondenzačního činidla.

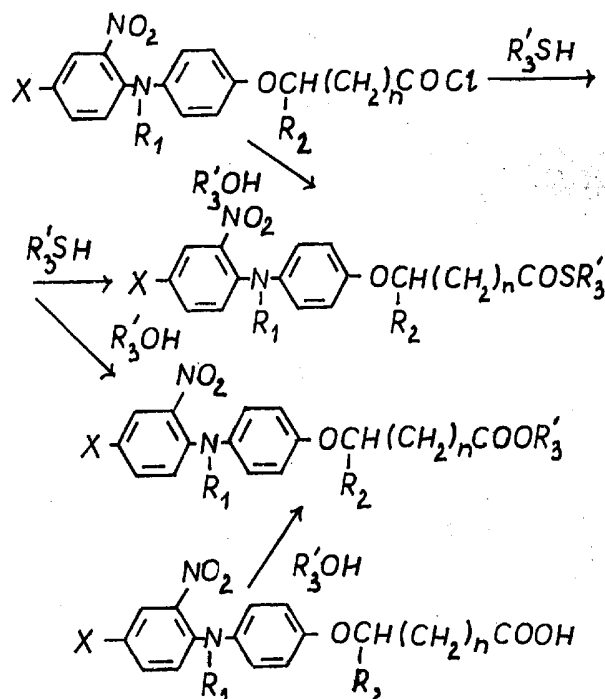
Kromě toho lze sloučeniny obecného vzorce I připravit také podle následujících rovnic:



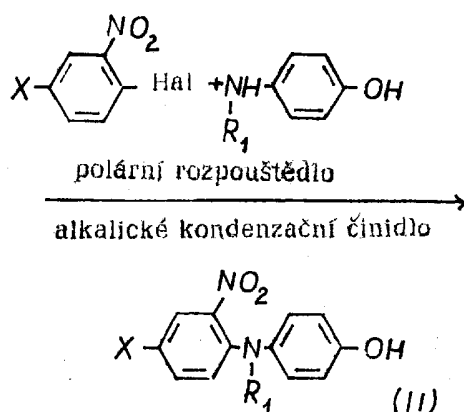


Jako alkalického kondenzačního činidla

Sloučeniny podle vynálezu lze rovněž připravovat podle následujících rovnic



Výchozí látka obecného vzorce II se může připravit podle této rovnice:



Výrobu sloučenin podle vynálezu ilustrují následující příklady:

#### Příklad 1

##### 4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenol

6,0 g p-aminofenolu se rozpustí v 60 ml isopropylalkoholu. K roztoku se přidá 6,0 g 4-chlor-3-nitrobenzotrifluoridu a výsledný roztok se vaří 12 hodin pod zpětným chladičem. Po skončení reakce se rozpouštědlo oddestiluje a zbytek se rozpustí v benzenu. Výsledný roztok se přefiltruje a rozpouštědlo se z filtrátu oddestiluje. Získá se 7,5 g požadovaného produktu o teplotě tání 133 až 134 °C.

Ethyl-2-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]propionát (sloučenina č. 1)

7,5 g 4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fe-

nolu se rozpustí v 80 ml methylethylketonu. K roztoku se přidá 3,5 g bezvodého uhlíkatu draselného a potom 4,6 g ethyl-2-brompropionátu. Roztok se 5 hodin vaří pod zpětným chladičem. Výsledný reakční roztok se vlije do vody a extrahuje ethylacetátem. Ethylacetátový roztok se promyje vodou a vysuší bezvodým síranem hořečnatým. Po oddestilování rozpouštědla se získá 8,2 g požadované sloučeniny o teplotě tání 61 až 63 °C.

#### Příklad 2

2-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]propionová kyselina (sloučenina č. 2)

Směs 2,0 g ethyl-2-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]propionátu a 30 ml 10% vodného roztoku hydroxidu sodného se za míchání 1 hodinu zahřívá na 50 °C. Po ochlazení se reakční roztok okyslí koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou. Vysrážené krystaly se odfiltrují, promyjí vodou a vysuší. Získá se 1,7 g požadované sloučeniny o teplotě tání 158 až 161 °C.

#### Příklad 3

Ethyl-2-[4-(4-chlor-2-nitroanilino)fenoxy]propionát (sloučenina č. 9)

11 g 4-(4-chlor-2-nitroanilino)fenolu se rozpustí v 50 ml methylethylketonu. K roztoku se přidá 5,8 g bezvodého uhlíkatu draselného a potom 8,3 g ethyl-2-brompropionátu. Roztok se vaří 5 hodin pod zpětným chladičem. Výsledný reakční roztok se zpracuje tak, jako v příkladě 1 (výroba

sloučeniny č. 1). Získá se 13,5 g požadované sloučeniny o teplotě tání 46 až 48 °C.

#### Příklad 4

Isopropyl-2-[4-(4-chlor-2-nitroanilino)-fenoxy]propionát (sloučenina č. 11)

Směs 3 g 2-[4-(4-chlor-2-nitroanilino)fenoxy]propionové kyseliny, 1 g isopropylalkoholu a jedna nebo dvě kapky koncentrované kyseliny sírové se vaří 4 hodiny pod zpětným chladičem, přičemž se odděluje vzniklá voda. Po ochlazení se reakční roztok promyje vodným uhličitánem sodným a vodou a potom vysuší bezvodým síranem hořečnatým. Benzen se oddestiluje. Získá se 3,1 g požadovaného produktu o teplotě tání 63 až 65 °C.

#### Příklad 5

Ethyl-2-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]thiolpropionát (sloučenina č. 15)

Roztok 3,7 g 2-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]propionové kyseliny a 2,4 g thionylchloridu ve 40 ml methylenchloridu se 1 hodinu vaří pod zpětným chladičem. Po reakci se nezreagovaný thionylchlorid oddestiluje za sníženého tlaku spolu s rozpouštědlem. Zbytek se rozpustí v methylenchloridu. K roztoku se přidá 0,7 g ethylmerkaptanu a 1,2 g triethylaminu a směs se 12 hodin míchá při teplotě místnosti. Výsledný reakční roztok se vlije do vody. Izolovaná methylenchloridová vrstva se vysuší síranem hořečnatým. Po oddestilování rozpouštědla za sníženého tlaku se získá 3,2 g požadované sloučeniny o teplotě tání 55 až 56 °C.

#### Příklad 6

Ethyl-2-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]butyrát (sloučenina č. 18)

Směs 6 g 4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenolu, 60 ml methylethylketonu, 2,8 g bezvodého uhličitánu draselného a 3,9 g ethyl-2-brombutyrátu se 5 hodin vaří pod zpětným chladičem. Výsledná reakční směs se zpracuje tak, jako v příkladě 1. Získá se

7,8 g požadované sloučeniny o teplotě tání 60 až 62 °C.

#### Příklad 7

Ethyl-4-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]valerát (sloučenina č. 19)

Směs 6 g 4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenolu, 60 ml dimethylformamidu, 2,8 g bezvodého uhličitánu draselného a 3,3 g 4-chlorvalerové kyseliny se zahřívá na 120 až 130 °C za míchání po dobu 5 hodin. Výsledná reakční směs se zpracuje tak, jako v příkladě 1. Získá se 7,7 g požadované sloučeniny o teplotě tání 60 až 62 °C.

#### Příklad 8

Ethyl-2-[4-(N-methyl-2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]propionát (sloučenina č. 21)

Směs 3,1 g 4-(N-methyl-2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenolu, 30 ml methylethylketonu, 1,4 g bezvodého uhličitánu draselného a 1,8 g ethyl-2-brompropionátu se 5 hodin vaří pod zpětným chladičem. Výsledná reakční směs se zpracuje tak, jako v příkladě 1. Získá se 3,8 g požadované sloučeniny o teplotě tání 88 až 89 °C.

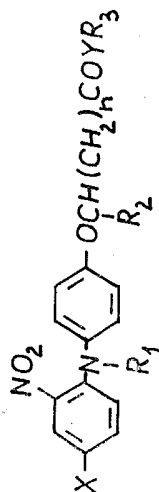
#### Příklad 9

Ethyl-2-[4-(N-allyl-2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]propionát (sloučenina č. 23)

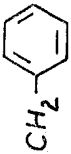
0,26 g natriumhydridu (50% olejová suspenze) se postupně přidává za míchání k roztoku 2 g ethyl-2-[4-(2-nitro-4-trifluormethylanilino)fenoxy]propionátu v 50 ml dimethylformamidu při 0 °C nebo při teplotě nižší. Po skončení vývoje vodíku se směs udržuje 1 hodinu při 0 °C nebo při nižší teplotě a poté se nechá stát přes noc při teplotě místnosti. Reakční směs se vlije do vody a extrahuje ethylacetátem. Získá se surový produkt. Surový produkt se přečistí chromatografií na silikagelu. Získá se 1,2 g požadované sloučeniny ve formě olejovité červené látky s indexem lomu  $n_D^{31,5}$  1,5550.

Příklady sloučenin podle vynálezu jsou shrnuty v tabulce 1.

TABULKA 1

Sloučenina  
čísloFyzikální konstanty  
[teplota tání ve °C]

|    | X               | R <sub>1</sub>                       | R <sub>2</sub>                  | R <sub>3</sub>                                                                                          | Y | n |                                       |
|----|-----------------|--------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|---|---|---------------------------------------|
| 1  | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | 61 až 63                              |
| 2  | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | H                                                                                                       | O | 0 | 158 až 161                            |
| 3  | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | CH <sub>3</sub>                                                                                         | O | 0 | 111 až 113                            |
| 4  | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | Na                                                                                                      | O | 0 | 215 až 219                            |
| 5  | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                                         | O | 0 | 72 až 74                              |
| 6  | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                                         | O | 0 | 57 až 60                              |
| 7  | Cl              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | H                                                                                                       | O | 0 | 175 až 177                            |
| 8  | Cl              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | CH <sub>3</sub>                                                                                         | O | 0 | 59 až 61                              |
| 9  | Cl              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | 46 až 48                              |
| 10 | Cl              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                                         | O | 0 | 60 až 63                              |
| 11 | Cl              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                                         | O | 0 | 63 až 65                              |
| 12 | Cl              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | S | 0 | n <sub>D</sub> <sup>32,5</sup> 1,6585 |
| 13 | Cl              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | Na                                                                                                      | O | 0 | 180 až 190                            |
| 14 | Br              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | 68 až 70                              |
| 15 | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | S | 0 | 55 až 56                              |
| 16 | Br              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                                         | O | 0 | 59 až 61                              |
| 17 | Br              | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | $\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagup \\ \text{CH} \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$ | O | 0 | n <sub>D</sub> <sup>27</sup> 1,6252   |
| 18 | CF <sub>3</sub> | H                                    | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | 60 až 62                              |
| 19 | CF <sub>3</sub> | H                                    | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 2 | 60 až 62                              |
| 20 | CF <sub>3</sub> | H                                    | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | n <sub>D</sub> <sup>30</sup> 1,5725   |
| 21 | CF <sub>3</sub> | CH <sub>3</sub>                      | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | 88 až 89                              |
| 22 | CF <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>        | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | 81 až 85                              |
| 23 | CF <sub>3</sub> | CH <sub>2</sub> CH = CH <sub>2</sub> | CH <sub>3</sub>                 | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                                           | O | 0 | n <sub>D</sub> <sup>31,5</sup> 1,5550 |

| Sloučenina<br>číslo | X               | R <sub>1</sub>                                                                        | R <sub>2</sub>  | R <sub>3</sub>                                                                   | Y | n | Fyzikální konstanty<br>[teplota tání ve °C] |
|---------------------|-----------------|---------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------------------------------------------------------------|---|---|---------------------------------------------|
| 24                  | CF <sub>3</sub> |    | CH <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                    | 0 | 0 | n <sub>D</sub> <sup>23</sup> 1,5770         |
| 25                  | CF <sub>3</sub> | n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                       | CH <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                    | 0 | 0 | 69 až 71                                    |
| 26                  | CF <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                         | CH <sub>3</sub> | CH <sub>3</sub>                                                                  | 0 | 0 | 62 až 64                                    |
| 27                  | CF <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                         | CH <sub>3</sub> | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                  | 0 | 0 | 88 až 89                                    |
| 28                  | CF <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                         | CH <sub>3</sub> | $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{CH} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$ | 0 | 0 | n <sub>D</sub> <sup>24</sup> 1,5481         |
| 29                  | I               | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                    | 0 | 0 | 70 až 71                                    |
| 30                  | I               | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>                                                  | 0 | 0 | 56 až 58                                    |
| 31                  | Cl              | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                         | CH <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                    | 0 | 0 | 62 až 65                                    |
| 32                  | Cl              | CH <sub>2</sub> CH = CH <sub>2</sub>                                                  | CH <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                    | 0 | 0 | 44 až 46                                    |
| 33                  | CF <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                         | CH <sub>3</sub> | H                                                                                | 0 | 0 | 126 až 128                                  |
| 34                  | CF <sub>3</sub> | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | C <sub>12</sub> H <sub>25</sub>                                                  | 0 | 0 | n <sub>D</sub> <sup>24,3</sup> 1,5440       |
| 35                  | CF <sub>3</sub> | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>                                                  | 0 | 0 | 75 až 76                                    |
| 36                  | CF <sub>3</sub> | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>                                                 | 0 | 0 | n <sub>D</sub> <sup>25</sup> 1,5640         |
| 37                  | CF <sub>3</sub> | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | n-C <sub>8</sub> H <sub>17</sub>                                                 | 0 | 0 | n <sub>D</sub> <sup>25</sup> 1,5562         |
| 38                  | CF <sub>3</sub> | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | n-C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>                                                 | 0 | 0 | 47 až 48                                    |
| 39                  | CF <sub>3</sub> | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>                                                  | 0 | 0 | 83 až 85                                    |
| 40                  | Cl              | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>                                                  | 0 | 0 | 30 až 31                                    |
| 41                  | CF <sub>3</sub> | CH <sub>2</sub> CH = CH <sub>2</sub>                                                  | CH <sub>3</sub> | i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>                                                  | 0 | 0 | n <sub>D</sub> <sup>21</sup> 1,5457         |
| 42                  | I               | H                                                                                     | CH <sub>3</sub> | H                                                                                | 0 | 0 | 159 až 160                                  |
| 43                  | CF <sub>3</sub> | CH <sub>2</sub> CH = CH <sub>2</sub>                                                  | CH <sub>3</sub> | H                                                                                | 0 | 0 | n <sub>D</sub> <sup>20</sup> 1,5515         |
| 44                  | Cl              |  | CH <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>                                                    | 0 | 0 |                                             |

Jak již bylo uvedeno, mají sloučeniny podle vynálezu vyšší herbicidní účinnost. Sloučeniny lze aplikovat přímo na půdu jako preemergentní ošetření nebo postemergentně na listy rostlin. Přednost se dává aplikaci až na listy vzešlých rostlin. Při ošetření půdy nebo při foliární aplikaci se může sloučenin podle vynálezu používat v množství 100 g nebo více na 1 ha.

Herbicidní prostředky obsahující sloučeninu podle vynálezu jako účinnou složku lze vyrobit smísením této sloučeniny s vhodným nosičem. Herbicidní prostředky mohou mít formu běžně používanou u zemědělských chemikálií, jako je smáčitelný prášek, emulgovatelný koncentrát, granulát, vodorozpustný prášek a aerosol. Jako pevných nosičů se může použít bentonitu, infusoriové hlínky, apatitu, sádrovce, mastku, pyrophylitu, vermikulitu a hlíny. Jako kapalných nosičů lze použít vody, petroleje, minerálního oleje, solventnafty, benzenu, xylenu, cyklohexanu, cyklohexanonu, dimethylformamidu, alkoholu a acetonu. Aby se získal homogenní a stálý prostředek, může se přidávat také povrchově aktivní látka.

Sloučeniny podle vynálezu se mohou aplikovat také ve směsi s jinými chemikáliemi, kterých se používá v zemědělství a zahradnické výrobě a které jsou kompatibilní s těmito sloučeninami. Jako těchto chemikálií lze použít mimo jiné látek obvykle označovaných jako živiny pro rostliny, hnojiva, insekticidy, akaricidy, fungicidy, herbicidy a nematocidy.

Při mísení sloučenin podle vynálezu se známými herbicidy se doporučuje použít triazinových derivátů, jako simazinu, propazinu a prometrynu, karbamátových derivátů, jako je phendipham, derivátů močoviny, jako je metabenzthiazuron a linuron, heterocyklických sloučenin, jako je pyrazon nebo lenacil a derivátů fenoxalkankarboxylových kyselin, jako je 2,4-D.

Koncentrace účinné složky v herbicidním prostředku podle vynálezu může kolísat v závislosti na typu prostředku a bývá například v rozmezí od 5 do 80 % hmotnostních, přednostně od 10 do 60 % hmotnostních ve smáčitelném prášku, od 5 do 70 % hmotnostních, přednostně od 20 do 60 % hmotnostních v emulgovatelném koncentrátu a od 0,5 do 30 % hmotnostních, přednostně od 1 do 10 % hmotnostních v granulátu.

Takto vyrobený smáčitelný prášek nebo emulgovatelný koncentrát se může zředí vodou na určenou koncentraci a může se ho použít ve formě kapalné suspenze nebo kapalné emulze pro ošetření půdy nebo při aplikaci na listy rostlin. Granulátu se může použít pro ošetření půdy přímo.

Herbicidní prostředky podle vynálezu jsou ilustrovány v následujících příkladech. Tyto příklady nemají omezující charakter.

## Příklad 10

## Smáčitelný prášek

|                                        | Díly hmotnostní |
|----------------------------------------|-----------------|
| sloučenina č. 1                        | 30              |
| bílé saze (koloidní SiO <sub>2</sub> ) | 6               |
| infusoriová hlínka                     | 56              |
| alkylsulfát sodný                      | 8               |

Složky se homogenně smísí a rozmělní na jemné částice. Získá se tak smáčitelný prášek obsahující 30 % účinné složky. Před použitím se zředí vodou na požadovanou koncentraci a aplikuje se ve formě suspenze postřikem.

## Příklad 11

## Emulgovatelný koncentrát

|                          | Díly hmotnostní |
|--------------------------|-----------------|
| sloučenina č. 8          | 25              |
| xylén                    | 20              |
| dimethylformamid         | 47              |
| polyoxyethylenfenylether | 8               |

Složky se spolu smísí za vzniku emulgovatelného koncentrátu obsahujícího 25 % účinné složky. Před použitím se zředí vodou na požadovanou koncentraci a aplikuje se ve formě emulze postřikováním.

## Příklad 12

## Granulát

|                               | Díly hmotnostní |
|-------------------------------|-----------------|
| sloučenina č. 15              | 3               |
| mastek                        | 85              |
| bentonit                      | 8               |
| polyoxyethylenalkylarylsulfát | 4               |

Složky se homogenně smísí a rozmělní na jemné částice. Jemné částice se zpracují na granulát. Částice granulátu mají průměr v rozmezí od 0,5 do 1,0 mm. Granulát obsahuje 3 % účinné složky a může se přímo aplikovat.

Herbicidní účinnost sloučenin podle vynálezu je ilustrována v následujících zkouškách.

## Zkouška 1

## Preemergentní ošetření

Do jednotlivých kořenáčů o ploše 250 cm<sup>2</sup> se zasejí semena rosičky krvavé, ovsa hluchého, merlíku bílého, laskavce ohnutého, chrysanthemum coronarium a sóji a ihned nato se na povrch půdy nastříká vodná sus-



penze připravená zředěním emulgovatelného koncentrátu vodou na určenou koncentraci, v množství odpovídajícím 2000 g na 1 ha. Kořenáče se udržují ve skleníku. Tři týdny po postřiku se zjišťuje stupeň poškození každé rostliny a klasifikuje se některým

stupněm ze stupnice hodnot 0 až 10, kde 0 znamená žádný účinek a 10 znamená, že došlo k úplnému usmrcení rostliny nebo rostlina nevyklíčila.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce 2.

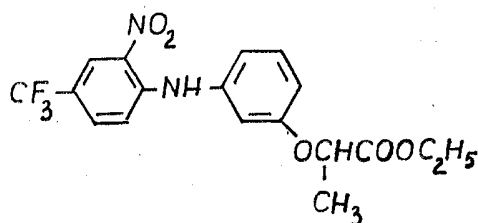
TABULKA 2

| Sloučenina č.             | Rosička<br>krvavá | Oves<br>hluchý | Merlík<br>bílý | Laskavec<br>ohnutý | Chrysanthemum<br>coronarum | Sója |
|---------------------------|-------------------|----------------|----------------|--------------------|----------------------------|------|
| 1                         | 10                | 9              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 2                         | 10                | 10             | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 3                         | 10                | 10             | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 4                         | 10                | 9              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 5                         | 10                | 10             | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 6                         | 10                | 3              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 7                         | 9                 | 4              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 8                         | 9                 | 7              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 9                         | 10                | 10             | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 10                        | 9                 | 5              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 11                        | 10                | 6              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 12                        | 8                 | 6              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 13                        | 8                 | 2              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 14                        | 9                 | 7              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 15                        | 10                | 10             | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 16                        | 10                | 8              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 17                        | 10                | 7              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 18                        | 10                | 8              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 19                        | 10                | 3              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 21                        | 10                | 10             | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 22                        | 10                | 9              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 23                        | 10                | 10             | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 24                        | 6                 | 3              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 25                        | 10                | 8              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 26                        | 10                | 5              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 27                        | 10                | 7              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 28                        | 10                | 7              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 29                        | 8                 | 0              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 30                        | 6                 | 0              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 31                        | 8                 | 1              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 32                        | 9                 | 2              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 33                        | 10                | 9              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 34                        | 10                | 1              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 35                        | 10                | 5              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 36                        | 10                | 6              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 37                        | 10                | 4              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 38                        | 10                | 3              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 39                        | 10                | 3              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 40                        | 10                | 2              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 42                        | 9                 | 1              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 43                        | 10                | 7              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| 44                        | 8                 | 1              | 0              | 0                  | 0                          | 0    |
| srovnávací<br>sloučenina* |                   |                |                |                    |                            |      |
| 1.                        | 2                 | 1              | 10             | 10                 | 10                         | 10   |
| 2.                        | 0                 | 0              | 1              | 0                  | 1                          | 1    |

\*Srovnávací sloučenina

1. 2,4-D: 2,4-dichlorfenoxycetová kyselina

2.



(teplota tání 71 až 72 °C)

## Zkouška 2

## Postemergentní ošetření

Do jednotlivých kořenáčů o ploše 200 cm<sup>2</sup> se zasejí semena rosičky krvavé, ovsa hluchého, merlíku bílého a laskavce ohnutého. Když zkušební rostliny vzrostou do stadia 2 až 4 listů, nastříká se na jejich listy vod-

ná suspenze, připravená zředěním emulgovatelného koncentráту vodou na požadovanou koncentraci, v množství 2000 g účinné složky na 1 ha. Kořenáče se potom udržují ve skleníku. Tři týdny po postřiku se zjišťuje stupeň poškození každé rostliny a klasifikuje se některým stupněm ze stupnice uvedené ve zkoušce 1.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce 3.

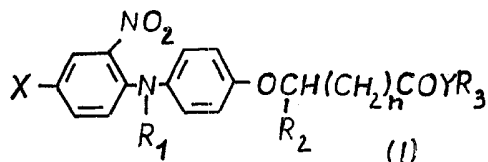
TABULKA 3

| Sloučenina číslo       | Rosička<br>krvavá | Oves<br>hluchý | Merlík<br>bílý | Laskavec<br>ohnutý |
|------------------------|-------------------|----------------|----------------|--------------------|
| 1                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 2                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 3                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 4                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 5                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 6                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 7                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 8                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 9                      | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 10                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 11                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 12                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 13                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 14                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 15                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 16                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 17                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 18                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 19                     | 10                | 7              | 0              | 0                  |
| 21                     | 6                 | 8              | 0              | 0                  |
| 22                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 23                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 24                     | 6                 | 7              | 0              | 0                  |
| 25                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 26                     | 9                 | 10             | 1              | 0                  |
| 27                     | 3                 | 10             | 0              | 0                  |
| 28                     | 9                 | 10             | 0              | 0                  |
| 29                     | 10                | 10             | 2              | 1                  |
| 30                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 31                     | 4                 | 10             | 0              | 0                  |
| 32                     | 1                 | 7              | 0              | 0                  |
| 33                     | 5                 | 10             | 0              | 0                  |
| 34                     | 7                 | 3              | 0              | 0                  |
| 35                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 36                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 37                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 38                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 39                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 40                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 42                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 43                     | 10                | 10             | 0              | 0                  |
| 44                     | 10                | 10             | 5              | 5                  |
| Srovnávací sloučenina* |                   |                |                |                    |
| 1                      | 3                 | 1              | 10             | 10                 |
| 2                      | 1                 | 0              | 1              | 1                  |

\* Srovnávací sloučeniny 1 a 2 jsou stejné jako ve zkoušce 1.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek sestávající z účinného množství účinné složky a z nosiče, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I



kde

X představuje trifluormethylskupinu nebo halogen,

R<sub>1</sub> představuje vodík, C<sub>1</sub>–C<sub>5</sub> alkyl-, C<sub>3</sub>–C<sub>5</sub> alkenyl- nebo benzylskupinu,

R<sub>2</sub> představuje C<sub>1</sub>–C<sub>5</sub>alkylskupinu,

R<sub>3</sub> představuje vodík, C<sub>1</sub>–C<sub>18</sub>alkylskupinu nebo alkalický kov,

Y představuje kyslík, nebo když znamená R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu, R<sub>3</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu, n číslo 0 a X má shora uvedený význam, představuje Y také síru, a

n představuje číslo 0, nebo když znamená X trifluormethylskupinu, R<sub>1</sub> vodík, R<sub>2</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu, R<sub>3</sub> C<sub>1</sub>–C<sub>3</sub> alkylskupinu a Y kyslík, také číslo 2.

2. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obecného vzorce I obsahuje sloučeninu, kde R<sub>1</sub> představuje vodík, alkylskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, allyl- nebo benzylskupinu, R<sub>2</sub> představuje alkylskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku a R<sub>3</sub> představuje vodík, alkylskupinu s 1 až 12 atomy uhlíku nebo alkalický kov a ostatní symboly mají význam uvedený v bodě 1.

3. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obecného vzorce I obsahuje sloučeninu, kde R<sub>1</sub> představuje vodík, R<sub>2</sub> představuje methylskupinu, R<sub>3</sub> představuje alkylskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku a n představuje číslo 0 a ostatní symboly mají význam uvedený v bodě 2.

4. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obecného vzorce I obsahuje sloučeninu, kde X představuje trifluormethylskupinu a Y představuje kyslík a ostatní symboly mají význam uvedený v bodě 3.

5. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obecného vzorce I obsahuje sloučeninu, kde X představuje halogen a ostatní symboly mají význam uvedený v bodě 3.

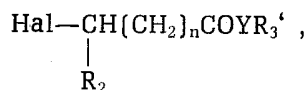
6. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obecného vzorce I obsahuje sloučeninu, kde X představuje trifluormethylskupinu R<sub>1</sub> a R<sub>3</sub> jsou alkylskupiny s 1 až 3 atomy uhlíku, Y je kyslík a ostatní symboly mají význam uvedený v bodě 2.

7. Způsob výroby sloučenin obecného vzorce I podle bodu 1, vyznačující se tím, že se sloučenina obecného vzorce II



kde

X a R<sub>1</sub> mají význam uvedený v bodě 1, nechá reagovat se sloučeninou obecného vzorce



kde

X, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, Y a n mají význam uvedený v bodě 1,

Hal představuje halogen, a

R<sub>3</sub>' představuje C<sub>1</sub>–C<sub>5</sub> alkylskupinu v inertním organickém rozpouštědle popřípadě za přidání alkalického kondenzačního činidla.