



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

238643
(11) (B2)

[51] Int. Cl.⁴
A 01 N 47/36

[22] Přihlášeno 07 07 83
[21] [PV 5168-83]
[32] [31] [33] Právo přednosti od 08 07 82
[P 32 25 471.7] a od 23 12 82
[P 32 47 616.7]
Německá spolková republika
[40] Zveřejněno **16 01 85**
[45] Vydáno 15 05 87

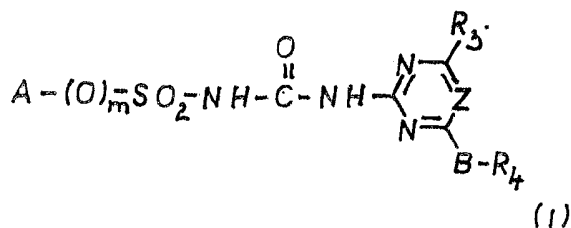
[72]
Autor vynálezu HUMBURG GERHARD dr., HOFHEIM/Ts., WILLMS LOTHAR dr., UNKEL,
MILDENBERGER HILMAR dr., KELKHEIM, BAUER KLAUS dr., RODGAU,
BIERINGER HERMANN dr., EPPSTEIN/Ts., BÜRSTELL HELMUT dr.,
FRANKFURT/M. [NSR]
[73]
Majitel patentu HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, FRANKFURT/M. [NSR]

[54] Herbicidní prostředek a způsob výroby účinné složky

1

2

Herbicidní prostředek, vyznačující se tím,
že jako účinnou složku obsahuje alespoň
jednu sloučeninu obecného vzorce I



v němž obecné symboly mají dále uvedený
význam, nebo její fyziologicky použitelnou
sůl s bází nebo sůl s kyselinou.

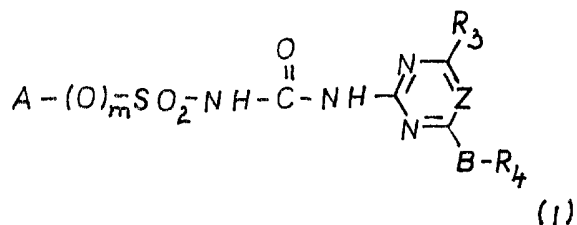
Dále se popisuje způsob přípravy účinné
složky.

Předložený vynález se týká herbicidního prostředku, který obsahuje jako účinnou složku nové heterocyklicky substituované sulfonylmočoviny dále uvedeného obecného vzorce I. Dále se vynález týká způsobu výroby těchto nových účinných látek.

Je již známo, že heterocyklicky substituované fenylsulfonylmočoviny, jako například N-[2-chlorfenylsulfonil]-N-[4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl]močovina, mají herbicidní vlastnosti a dále mají schopnost regulovat růst rostlin [srov. nizozemský patentový spis 121 788, DE-OS 27 15 786, EP 1 485, EP 1 514, EP 1 515, EP 4 163, EP 7 687, EP 9 419, EP 10 560, EP 23 140, EP 23 141, EP 23 422, EP 35 893].

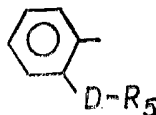
Nyní bylo zjištěno, že heterocyklicky substituované fenyl-, fenoxi-, (halogen)alkyl- a (halogen)alkoxysulfonylmočoviny, které obsahují jako heterocyklickou složku pyrimidinový nebo s-triazinový kruh, který je substituován karbonylovou funkcí, popřípadě od nich odvozené funkční deriváty (například acetaly, poloacetaly, dioxolany, merkaptaly, dithiolany, aminaly, azomethiny, oximy, oximethery a hydrazony) jsou vhodné jako herbicidy.

Předmětem předloženého vynálezu je herbicidní prostředek, který se vyznačuje tím, že vedle nosných látek nebo/a dalších přísad, které se obvykle používají pro tento účel, obsahuje jako účinnou složku alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I



v němž

A znamená popřípadě vždy chlorem substituovanou alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo znamená skupinu vzorce



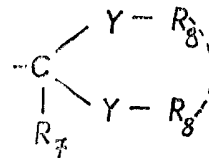
m znamená číslo 0 nebo 1,

R_3 znamená atom vodíku, atom chloru, nitroskupinu, dimethylaminoskupinu, methylovou skupinu, která je popřípadě substituována methoxyskupinou, dále znamená alkokyskupinu s 1 až 2 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována alkokyskupinou s 1 až 2 atomy uhlíku,

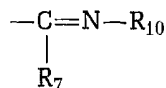
B a D znamenají nezávisle na sobě vždy jednoduchou chemickou vazbu nebo B zna-

mená methylenovou skupinu či ethylenovou skupinu,

R_4 znamená skupinu vzorce $-CO-R_7$, skupinu vzorce



nebo skupinu vzorce



kde

Y znamená kyslík nebo síru,

R_8 znamenají každý alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo oba zbytky R_8 tvoří společně ethylenový nebo propylenový můstek a

R_{10} znamená hydroxyskupinu nebo methoxyskupinu,

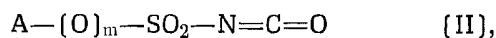
R_5 znamená halogen, nitroskupinu, skupinu $OCHF_2$, methylovou skupinu, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, skupinu $-SO_2N(alkyl)_2$, ve které „alkyl“ obsahuje 1 až 4 atomy uhlíku, nebo alkokykarbonylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkoxylové části, a

R_7 znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu, a

Z znamená atom dusíku nebo methinovou skupinu, nebo její fyziologicky použitelnou sůl s bází nebo sůl s kyselinou.

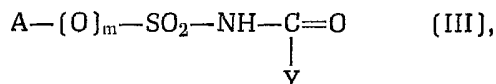
Nové sloučeniny obecného vzorce I se dají syntetizovat z o sobě známých výchozích látek popřípadě z výchozích látek, které lze připravit známými postupy.

Podle vynálezu se sloučeniny obecného vzorce I připravují tím, že se na sloučeniny obecného vzorce II



v němž

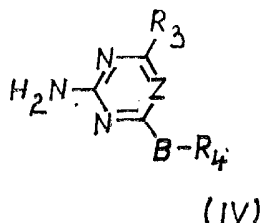
A a m mají shora uvedený význam nebo na sloučeniny obecného vzorce III



v němž

A a m mají shora uvedený význam a

Y znamená chlor, alkokyskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenoxyskupinu, působí sloučeninami obecného vzorce IV



v němž

R_3 , R_4 , B a Z mají shora uvedené významy, a popřípadě se získané sloučeniny vzorce I převedou odštěpením halogenovodíku, adicí halogenu na přítomné vícenásobné vazby nebo tvorbou soli na jiné shora definované sloučeniny obecného vzorce I.

Reakce sloučenin vzorců II popřípadě III a IV se provádí výhodně v inertních aprotických rozpouštědlech, jako například v acetonitrilu, dichlormethanu, toluenu, tetrahydrofuranu nebo dioxanu při teplotách mezi 0° a teplotou varu rozpouštědla. Při použití výchozích látek obecného vzorce III se pracuje popřípadě za přítomnosti činidla vázajícího kyselinu jako například uhlíčitou draselnou, pyridinu nebo triethylaminu.

Případné následující odštěpení chlorovodíku z chloralkylových zbytků A se může provádět známým způsobem, například působením alkoxidu alkalického kovu, alkoholického roztoku hydroxidu sodného nebo hydroxidu draselného, triethylaminu nebo dalších činidel odštěpujících kyselinu, popřípadě v přítomnosti dalšího inertního rozpouštědla nebo ředidla, jako například toluenu, při teplotách mezi teplotou místnosti a teplotou varu.

Na případnou nebo dodatečně vzniklou dvojnou vazbu ve zbytku A lze rovněž známým způsobem adovat chlor nebo chlorovodík, a tak lze popřípadě dospět k novým sloučeninám vzorce I.

Chlorace se provádí v inertních organických rozpouštědlech, jako například v dichlormethanu nebo chloroformu za osvětlení, například ultrafialovým světlem, nebo v přítomnosti sloučenin, které se rozpadají na radikály, jako například azodiisobutyronitrilu, při teplotách mezi 0°C a teplotou varu rozpouštědla. Adice chlorovodíku se provádí v přítomnosti inertních rozpouštědel, například toluenu, působením plynného chlorovodíku při nižších teplotách, popřípadě v přítomnosti peroxidu jako katalyzátoru.

Sloučeniny obecného vzorce I mohou tvořit soli, přičemž je atom vodíku nahrazen fyziologicky snášitelným kationtem. Jedná se výhodně o soli s alkalickými kovy, o soli s kovy alkalických zemin, o soli amonné nebo o soli s organickými aminy.

Vhodnými bázemi pro tvorbu solí podle vynálezu jsou například uhlíčitá draselná, amoniak nebo ethanolamin. Rovněž tak se

dají převést na soli sloučeniny, které obsahují v poloze substituentu R_3 nebo R_4 popřípadě v poloze substituentu B NH-skupiny, a to působením silných kyselin, jako chlorovodíkové kyseliny, bromovodíkové kyseliny nebo sírové kyseliny.

Výchozí sloučeniny vzorce IV, v němž Z znamená dusík, jsou novými sloučeninami, které představují v důsledku své bifunkční struktury zajímavé meziproducty, které kromě toho, že jsou vhodné pro výrobu sloučenin vzorce I podle vynálezu, se hodí například také pro výrobu farmaceutik. Dosud nelze uvést příklady s-triazinů, které jsou substituovány formylovou funkcí nebo ketofunkcí, popřípadě jejich funkční deriváty. Monoamino-s-triaziny, které vedle libovolného zbytku R_3 obsahují jako další substituent formylovou funkci nebo ketofunkci popřípadě jejich funkční deriváty, se poprvé popisují v rámci tohoto vynálezu.

2-amino-s-triaziny obecného vzorce IV, v němž Z znamená dusík a R_3 a $-\text{N}-R_4$ mají shora uvedený významy, jsou tudíž novými sloučeninami.

Sloučeniny vzorce IV, v němž Z znamená dusík, se dají vyrábět podle metod, které jsou principiálně známé pro syntézu monofunkčních amino-s-triazinů. Takové metody se popisují například v J. Org. Chem. **28**, 1816 (1963); v publikaci s-Triazines and Derivatives 217 (New York 1959); Chem. Pharm. Bull. **16**, 474 (1968), Ber. **100**, 1874 (1967) a Agric. Biol. Chem. **35**, 1572 (1971). Místo tam používaných výchozích látek se používá odpovídajících bifunkčních sloučenin vzorce VIII



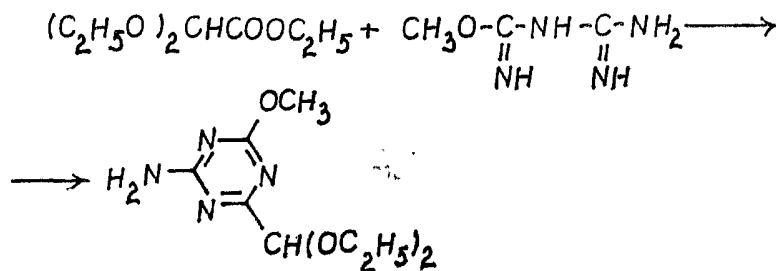
v němž

X znamená zbytky vzorce CN, COOH, COCl nebo COO-alkyl, kde alkyl obsahuje 1 až 4 atomy uhlíku.

Jako příklady takových sloučenin lze uvést estery glyoxalové kyseliny, estery β -formyloctové kyseliny, estery pyrohroznové kyseliny, estery acetocetové kyseliny, nebo od nich odvozené funkční deriváty, jako estery dialkoxy-2-octové kyseliny, dialkoxyacetonitrily, estery dialkoxypropionové kyseliny nebo estery 1,3-dioxolan-2-karboxylové kyseliny, estery 1,3-dithiolan-2-karboxylové kyseliny, estery 1,3-dioxolan-2-octové kyseliny nebo estery 2-methyl-1,3-dioxolan-2-octové kyseliny.

Nebylo možno očekávat, že tyto bifunkční sloučeniny se budou cyklizovat na triaziny podle vynálezu, spíše bylo nutno počítat s celou řadou možných reakčních produktů. Je tudíž překvapující, že bifunkční sloučeniny vzorce VIII vedou jednoduchým způsobem a v dobrých výtěžcích při použití metod známých pro monofunkční amino-s-triaziny, k bifunkčním triazinům vzorce IV.

Výroba sloučenin vzorce IV se objasňuje v další části na příkladu 2-amino-4-diethoxymethyl-6-methoxy-s-triazinu, který se zís-



Tyto reakce se provádějí výhodně v polárních rozpouštědlech, jako například v alkoholech, jako v methanolu popřípadě v ethanolu nebo v aprotických polárních rozpouštědlech, jako v acetonitrilu, dimethylformamidu, tetrahydrofuranu a dioxanu při reakčních teplotách mezi 0 °C a teplotou varu rozpouštědla. Vzhledem k tomu, že deriváty biguanidu, které se používají jako reakční složky sloučenin vzorce VIII, jako je N,N-dimethylbiguanid nebo guanidino-O-methylisomočovina popřípadě deriváty amidinů, jako je například O-methylisomočovina, jsou pro nedostatečnou stálost zpravidla přítomny ve formě solí, je nutno je převést nejprve na volné báze.

Pro tento účel se používá silných bází, popřípadě jejich roztoků, jako methoxidu sodného, ethoxidu sodného, terc.butoxidu draselného popřípadě jejich alkoholických roztoků; hydridu sodného, hydroxidů popřípadě uhličitánů alkalických kovů a kovů alkalických zemin nebo terciárních aminů, jako triethylaminu, ethyldiisopropylaminu a pyridinu.

Výchozí látky vzorce VIII jsou známé nebo se mohou vyrábět známými metodami [JACS 4580 (1954); JACS 2661 (1947); Beilstein 3, III 1139; 3 IV, 1494; 19 III/IV, 3450 a další].

Amino-s-triaziny vzorce IV (s Z = dusík) se dají převádět v závislosti na zbytcích R₃ a B—R₄ na jiné amino-s-triaziny vzorce IV. Tak se získají reakcí sloučenin, ve kterých R znamená chlor, s alkoholy, merkaptany, a aminy za přídavku bází sloučeniny vzorce IV, v němž R₃ znamená O-alkylovou skupinu, S-alkylovou skupinu, NH-alkylovou skupinu nebo -N-(alkyl)₂-skupinu.

Má-li ve sloučeninách vzorce IV Z význam dusíku a zbytek —B—R₄ znamená například karbonylovou funkci popřípadě ketalovou (acetalovou) funkci, pak se získají reakcí s alkoholy, glykoly, merkaptany, aminy, hydroxylaminy, aniliny, hydraziny nebo semikarbazidy další nové s-triaziny obecného vzorce IV. Tato přeměna se provádí podle v principu známých metod, které se souhrnně popisují v Houben-Weyl, sv. VII, (1), str. 413 až 488 popřípadě sv. VI (3), str. 204 až 270.

Pro tento — o sobě známý — sled reak-

ká z ethylesteru diethoxyoctové kyseliny a guanidino-O-methylmočoviny podle následující rovnice:

ci se používá inertních protických nebo aprotických rozpouštědel, jako například ketonů, alkoholů, halogenovaných uhlovodíků, aromatických uhlovodíků, etheru nebo acetonitrilu a pracuje se při teplotách mezi 0 stupňů Celsia a teplotou varu rozpouštědla. Obecně se pracuje za kyselé popřípadě bazické katalýzy. Reakční voda vznikající při těchto reakcích se odstraňuje buď azeotropicky, nebo pomocí činidel vázajících vodu.

Výchozí látky vzorce IV, v němž Z znamená methinovou skupinu, jsou známé nebo se dají vyrábět v principu známými postupy, například cyklizací odpovídajících derivátů guanidinu s příslušně substituovanými 1,3-diketony [srov. například „The Chemistry of Heterocyclic compounds“, Vol. XVI (1962) a doplňky I (1970)]. Sloučeniny vzorce IV, v němž R₄ znamená zbytek vzorce COR₇, se mohou převádět na jiné sloučeniny vzorce IV také dále popsáním způsobem.

Sulfonylisokyanáty vzorce II jsou z velké části známé nebo se dají vyrábět jednoduchým způsobem v principu známými postupy [srov. EP 15 683, DE-AS 1 211 165, DE-AS 1 226 565, DE-AS 1 230 016, DE-AS 1 568 640, jakož i Chem. Ber. 105, 2791, 2800 (1972)].

Sulfonylkarbamoyl- popřípadě -thiokarbamoylchloridy vzorce III se dají připravit obvyklými metodami ze solí odpovídajících sulfonamidů vzorce V s alkalickými kovy, které jsou známé z literatury, reakcí s fosgenem nebo thiofosgenem.

Sulfonylmočoviny vzorce I, které obsahují v alifatickém zbytku A jeden nebo několik asymetrických atomů uhlíku, se vyskytují v enantiomerních nebo diastereomerních formách. Obecně se získávají odpovídající sloučeniny podle vynálezu jako racemáty nebo jako směsi diastereomerů. Pokud je to žádoucí, mohou se použít obvyklé způsoby k rozdělení těchto směsí na stereicky jednotné složky. Příprava uvedených sloučenin v čisté formě je možná také použitím stereicky jednotných výchozích látek. Tak například vznikají při reakci aminoheterocyklů vzorce IV s threo- popřípadě s erythro-1,2-dihalogenalkylsulfonylisokyanáty jim odpovídající threo- popřípadě ery-

thro-1,2-dihalogenalkylsulfonfyl močoviny.

Dále se mohou sulfonfylmočoviny vzorce I, které obsahují v alifatickém zbytku A jednu nebo několik vícenásobných vazeb, vyskytovat při příslušné olefinické substituci jako E- nebo jako Z-izomery, u kterých je rovněž možná příprava čisté formě popřípadě dělení. Používají-li se například nenasyčené sulfonfylisokyanáty obecného vzorce I ve stericky jednotné formě. Vynález se týká tudíž také jednotných enantiomerních a diastereomerních forem sloučenin vzorce I.

Sloučeniny vzorce I mají vynikající herbicidní účinek a v důležitých kulturních rostlinách mají velmi dobrou selektivitu. Hodí se k selektivnímu hubení dvojděložných a travnatých plevelů, a to jak jednoletých, tak i vytrvalých v zemědělsky významných kulturních rostlinách, jako je například pšenice, ječmen, žito, rýže, kukuřice, cukrová řepa, bavlník a sója při preemergentním a postemergentním ošetření.

Kromě toho mají tyto sloučeniny v nízkých dávkách vynikající schopnost regulovat růst kulturních rostlin. Tyto látky regulačně zasahují do metabolismu rostlin a mohou se tudíž používat k záměrnému ovlivňování zásobních látek obsažených v rostlinách a k usnadnění sklizně, například vyvoláním desikace a zastavením růstu. Dále se uvedené sloučeniny hodí k obecné regulaci a k potlačení nežádoucího vegetativního růstu, aniž by přitom odumíraly rostliny. Zbrzdění růstu hraje velkou roli u četných jednoděložných a dvojděložných kulturních rostlin, vzhledem k tomu, že se jím může snížit nebo zcela zamezit poléhání.

Aplikují-li se uvedené sloučeniny před klíčením plevelných rostlin na povrch půdy při preemergentním nebo při postemergentním ošetření, pak se nezabrání vzejití klíčků. Plevelé rostou až do stadia klíčného listu, jejich růst se pak upraví a konečně odumírají po 3 až 5 týdnech. Při aplikaci účinných látek na zelené části rostlin při postemergentním postupu dochází rovněž velmi rychle po ošetření k drastickému zastavení růstu a plevelné rostliny zůstávají ve stadiu růstu, v jakém byly v době aplikace, nebo po nějaké době odumírají zcela, takže tímto způsobem je možné velmi rychle a trvale odstranit konkurenci plevelů škodlivou pro kulturní rostliny.

I když sloučeniny podle vynálezu vykazují výtečnou herbicidní účinnost proti jednoděložným a dvojděložným plevelům, kulturní rostliny hospodářsky důležitých kultur, jako je například pšenice, ječmen, žito, rýže, kukuřice, cukrová řepa, bavlník a sója, poškozují jen nepodstatně nebo je nepoškozují vůbec.

Sloučeniny podle tohoto vynálezu se z těchto důvodů hodí vynikajícím způsobem k potírání nežádoucího růstu rostlin v zemědělských užitkových plodinách.

Prostředky podle vynálezu obsahují účin-

né látky vzorce I obecně v množství od 2 do 95 % hmotnostních. Mohou se používat ve formě smáčitelných prášků, emulgovatelných koncentrátů, rozstříkovatelných roztoků, popraší nebo granulátů ve formě obvyklých přípravků.

Smáčitelné prášky jsou ve vodě rovnoměrně dispergovatelnými přípravky, které vedle účinné látky obsahují kromě ředidla nebo inertní látky ještě smáčedla, například polyoxethylované alkylfenoly, polyoxethylované mastné alkoholy, alkyl- nebo alkylfenylsulfonáty a dispergátory, například sodnou sůl ligninsulfonové kyseliny, sodnou sůl 2,2'-dinaftylmethan-6,6'-disulfonové kyseliny, sodnou sůl dibutyl-naftalensulfonové kyseliny nebo také sodnou sůl oleyl-methyltaurinu.

Emulgovatelné koncentráty se připravují rozpouštěním účinné látky v organickém rozpouštědle, například v butanolu, cyklohexanonu, dimethylformamidu, xylenu nebo také ve výševroucích aromátech nebo uhlovodících za přídavku jednoho nebo několika emulgátorů. Jako emulgátory se mohou používat například: vápenaté soli alkylarylsulfonové kyseliny, jako vápenatá sůl dodecylbenzensulfonové kyseliny, nebo nejonogenní emulgátory, jako jsou polyglykolestery mastných kyselin, alkylaryl-polyglykolethery, polyglykolethery mastných alkoholů, kondenzační produkty propylenoxidu a ethylenoxidu, kondenzační produkty mastných alkoholů, propylenoxidu a ethylenoxidu, alkylpolyethery, estery sorbitanu s mastnými kyselinami, estery polyoxyethylensorbitanu s mastnými kyselinami nebo estery sorbitu a polyoxyethylenu.

Popraše se získají rozemletím účinné látky s jemně dispergovanými, pevnými látkami, například s mastkem, přírodními jíly, jako je kaolín, bentonit, pyrofilit nebo diatomit.

Granuláty se mohou vyrábět buď nastříkáním účinné látky na adsorptivní, granulovaný inertní materiál, nebo nanášením koncentrátů účinné látky pomocí lepidel, například polyvinylalkoholu, sodné soli polyakrylové kyseliny, nebo také minerálních olejů na povrch nosných látek, jako je písek, kaolinit nebo granulovaný inertní materiál. Za použití vhodných účinných látek se mohou připravovat granuláty způsobem obvyklým pro výrobu granulovaných hnojiv, popřípadě ve směsi s hnojivy.

Koncentrace účinných látek v herbicidních prostředcích, které jsou obvyklé na trhu, mohou být různé.

Ve smáčitelných práscích se pohybuje koncentrace účinné látky například mezi asi 10 a 80 %, zbytek sestává ze shora uvedených přísad do těchto prostředků. V emulgovatelných koncentrátech může koncentrace účinné látky činit rovněž asi 10 až 80 proc. Práškové prostředky obsahují asi 2 až 20 % účinné látky. U granulátu závisí

obsah účinné látky z části na tom, zda je účinná sloučenina kapalná nebo pevná a jaké pomocné granulační prostředky, plnidla apod. se používají.

K aplikaci jako herbicidy se na trhu obvyklé koncentráty popřípadě obvyklým způsobem ředí, například u smáčitelných prášků a emulgovatelných koncentrátů pomocí vody. Práškové a granulované prostředky, jakož i rozstříkovatelné roztoky se před aplikací již dále dalšími inertními látkami neředí. Potřebné aplikované množství se mění v závislosti na vnějších podmínkách, jako je teplota, vlhkost, atd. Obecně činí 0,005 až 10 kg/ha, výhodně asi 0,01 až 5,0 kg účinné látky na 1 ha.

Pro některé oblasti aplikace může být účelné používat nové herbicidy s jedním nebo několika herbicidy společně, například ve formě směsi připravené v zásobní nádobě (tankmix) nebo ve formě hotového prostředku, a to k dosažení dalších výhodných účinků.

Účinné látky podle vynálezu se mohou kombinovat s dalšími herbicidy, insekticidy a fungicidy.

Příklady ilustrující způsob výroby účinných látek:

Příklad 1

N-(2-chlorfenylsulfonyl)-N'-(4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)močovina

K 10,55 g (0,05 mol) 2-amino-4-diethoxy-6-methylpyrimidinu v 50 ml dichlormethanu se přikape při teplotě 0 až 5 °C roztok 11 g (0,05 mol) 2-chlorfenylsulfonylisokyanátu ve 20 ml dichlormethanu. Reakční směs se míchá 18 hodin při teplotě místnosti, potom se přidá n-hexan a vyloučený reakční produkt se odfiltruje. Získá se 19,8 g (93 % teorie) N-(2-chlorfenylsulfonyl)-N'-(4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)močoviny o teplotě tání 131 °C.

Příklad 2

N-(4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)-N'-(2-methoxykarbonylfenylsulfonyl)močovina

K 10,55 g (0,05 mol) 2-amino-4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidinu v 50 ml dichlormethanu se přikape při teplotě 0 až 5 °C roztok 12 g (0,05 mol) 2-methoxykarbonylfenylsulfonylisokyanátu ve 20 ml dichlormethanu. Reakční směs se míchá 12 hodin při teplotě místnosti, potom se přidá n-hexan a vyloučený reakční produkt se odfiltruje.

Získá se 19 g (84 % teorie) N-(4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)-N'-(2-methoxykarbonylfenylsulfonyl)močoviny o teplotě tání 170 °C.

Příklad 3

N-(2-chlorfenylsulfonyl)-N'-(4-formyl-6-methylpyrimidin-2-yl)močovina

34,3 g (0,08 mol) N-(2-chlorfenylsulfonyl)-N'-(4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)močoviny (srov. příklad 1) se suspenduje ve 350 ml dioxanu a k této suspenzi se přidá 20 ml zředěné chlorovodíkové kyseliny (1 : 1). Reakční směs se dále míchá 18 hodin při teplotě místnosti, potom se vyloučený produkt odfiltruje a sraženina se promyje dichlormethanem. Získá se 28 g (98 % teorie) N-(2-chlorfenylsulfonyl)-N'-(4-formyl-6-methylpyrimidin-2-yl)močoviny o teplotě tání 142 °C.

Příklad 4

N-(4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)-N'-(1-methylpropen-1-ylsulfonyl)močovina

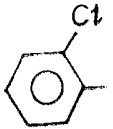
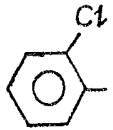
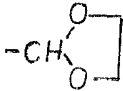
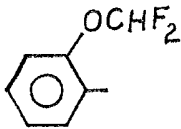
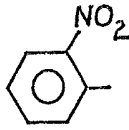
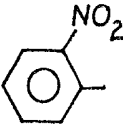
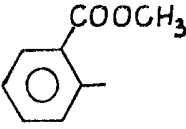
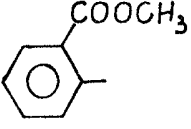
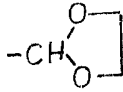
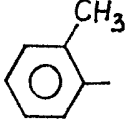
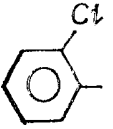
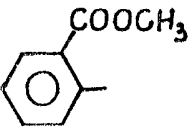
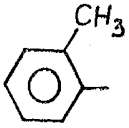
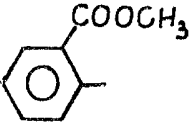
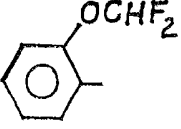
K 6,18 g (0,03 mol) 2-amino-4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidinu v 50 ml dichlormethanu se přikape při teplotě 0 až 5 °C roztok 5,15 g (0,032 mol) 1-methylpropen-1-ylsulfonylisokyanátu ve 20 ml dichlormethanu. Reakční směs se míchá dále 12 hodin při teplotě místnosti, potom se přidá n-hexan a vyloučený reakční produkt se odfiltruje. Získá se 9,7 g (88 % teorie) N-(4-diethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)-N'-(1-methylpropen-1-ylsulfonyl)močoviny o teplotě tání 100 až 102 °C.

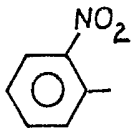
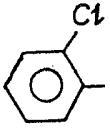
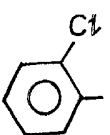
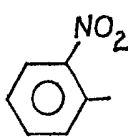
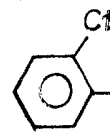
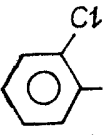
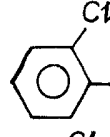
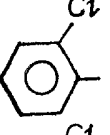
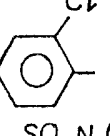
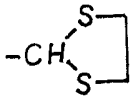
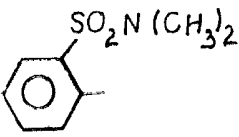
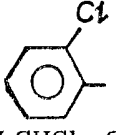
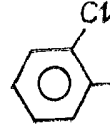
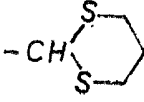
Příklad 5

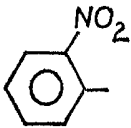
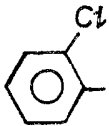
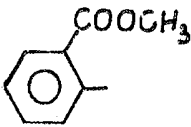
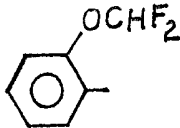
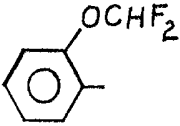
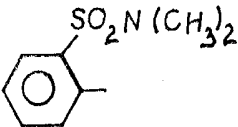
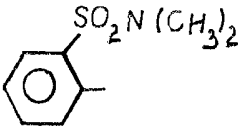
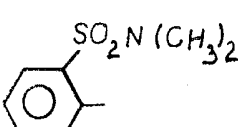
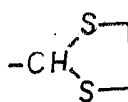
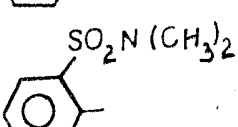
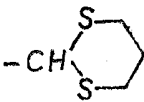
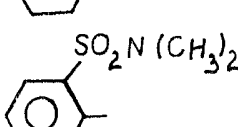
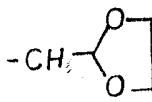
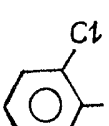
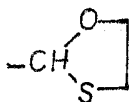
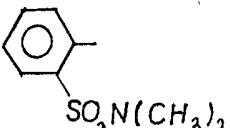
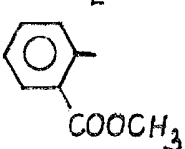
N-(4-dimethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)-N'-(1-methylpropen-1-ylsulfonyl)močovina

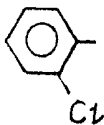
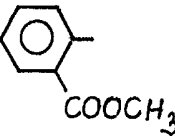
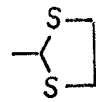
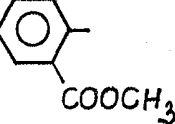
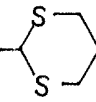
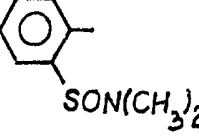
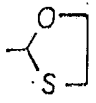
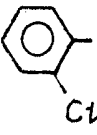
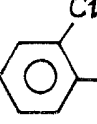
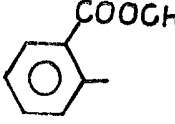
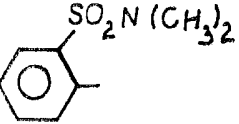
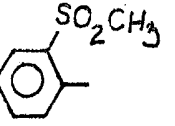
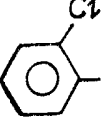
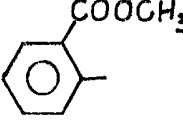
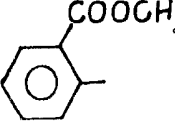
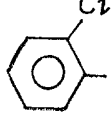
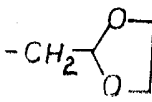
K 5,5 g (0,03 mol) 2-amino-4-dimethoxymethyl-6-methylpyrimidinu v 50 ml dichlormethanu se přikape při teplotě 0 až 5 °C roztok 5,15 g (0,032 mol) 1-methylpropen-1-ylsulfonylisokyanátu ve 20 ml dichlormethanu. Reakční směs se dále míchá 12 hodin při teplotě místnosti, potom se přidá n-hexan a vyloučený produkt se odfiltruje. Získá se 9 g (87 % teorie) N-(4-dimethoxymethyl-6-methylpyrimidin-2-yl)-N'-(1-methylpropen-1-ylsulfonyl)močoviny o teplotě tání 115 až 117 °C.

Analogickým způsobem podle postupů, které jsou popsány v příkladech 1 až 5, a za použití odpovídajících výchozích látek se získají následující sloučeniny vzorce I shrnuté v tabulce I, přičemž Z znamená vždy methinovou skupinu:

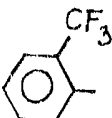
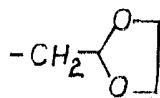
příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání [°C]
6		0	CH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	150—151
7		0	CH ₃		162—163
8		0	CH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	76—78
9		0	CH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	141—142
10		0	CH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	167—168
12		0	CH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	132—134
13		0	CH ₃		158—159
14		0	CH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	126—127
17		1	CH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	pryskyřice
18		1	CH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	92—95
19		0	CH ₃	—CHO	140—142
20		0	CH ₃	—CHO	158—159
21		0	CH ₃	—CHO	172—173

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání (°C)
22		0	CH ₃	—CHO	145—148
23		0	Cl	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	121—122
24		0	OCH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	106—107
26		0	Cl	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	144—145
29		0	CH ₃	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2 \end{array}$	167—168
30		0	CH ₃	—CO—CH ₃	194—195
31		0	CH ₃	—CH=NOCH ₃	190 (rozkład)
32		0	CH ₃	—CH=NOH	195 (rozkład)
33		0	CH ₃		165—166
42		0	CH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	144—145
43		0	CH ₃	—CH(SC ₂ H ₅) ₂	133—134
72	$\text{CH}_3\text{CHCl}-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-$	0	CH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	pryskyřice
74	$\text{CH}_3\text{CHBrCHBr}-$	0	CH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	43—46
90		0	CH ₃		158

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání (°C)
91		0	CH ₃	$-\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ CH ₃	159—160
92		0	CH ₃	$-\text{C}(\text{OCH}_3)_2$ CH ₃	168—169
93		0	CH ₃	$-\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ CH ₃	130—131
94		0	CH ₃	$-\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ CH ₃	142—143
95		0	CH ₃	$-\text{CH}(\text{OCH}_3)_2$	99—100
96		0	CH ₃	$-\text{CH}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	157—158
97		0	CH ₃	$-\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ CH ₃	153—154
99		0	CH ₃		150—151
100		0	CH ₃		128—129
101		0	CH ₃		176—177
104		0	CH ₃		173—174
141		0	CH ₃	$-\text{CCH}_3(\text{OCH}_3)_2$	153
142		0	CH ₃	$-\text{CCH}_3(\text{OCH}_3)_2$	146—147

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání [°C]
143		0	$\text{CH}_2\text{—O}$ H_3C	$\text{—CH(OC}_2\text{H}_5)_2$	116—117
144		0	CH_3		133—134
145		0	CH_3		158
146		0	CH_3		120—122
147		0	CH_3	$\text{—CH(SCH}_3)_2$	148—149
332		0	CH_3	$\text{—CH}_2\text{CH(OCCH}_3)_2$	olej
333		0	CH_3	$\text{—CH}_2\text{CH(OCCH}_3)_2$	olej
334		0	CH_3	$\text{—CH}_2\text{CH(OCCH}_3)_2$	olej
335		0	CH_3	$\text{—CH}_2\text{CH(OCCH}_3)_2$	64—66
336		0	OCH_3	$\text{—CH}_2\text{CH(OCCH}_3)_2$	olej
337		0	OCH_3	$\text{—CH}_2\text{CH(OCCH}_3)_2$	olej
338		0	CH_3	$\text{—CH}_2\text{CH(OCCH}_3)_2$	olej
339		0	CH_3		olej

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání [°C]
340		0	CH ₃		
341		0	CH ₃		olej
342		0	CH ₃		olej
343		0	CH ₃		olej
344		0	OCH ₃		olej
345		0	CH ₃		olej
346		0	OCH ₃	—CH ₂ CH(OCH ₃) ₂	olej
347		0	OCH ₃	—CH ₂ CH(OCH ₃) ₂	127—128
348		0	OCH ₃	—CH ₂ CH(OCH ₃) ₂	olej
349		0	CH ₃	—CH ₂ CH(OCH ₃) ₂	olej
350		0	OCH ₃		olej
351		0	OCH ₃		143—146
352		0	OCH ₃		olej

příklad číslo	13	14			
	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání (°C)
353		0	OCH ₃		olej

Příklad 148

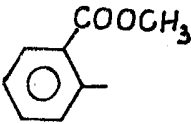
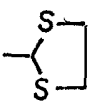
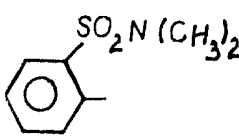
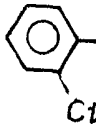
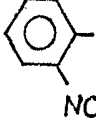
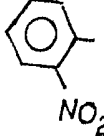
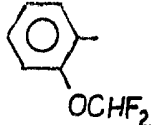
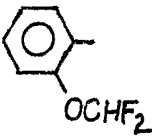
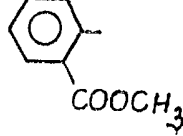
N-(2-chlorfenylsulfonyl)-N'-(4-diethoxymethyl-6-methoxy-s-triazin-2-yl)močovina

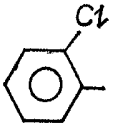
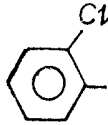
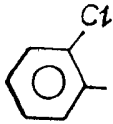
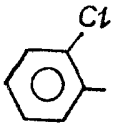
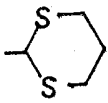
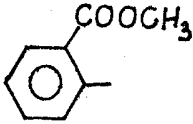
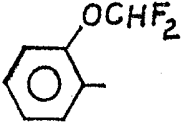
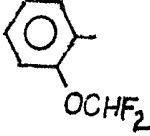
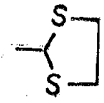
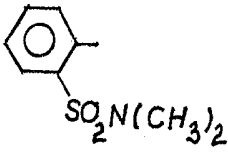
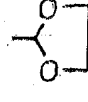
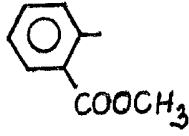
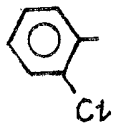
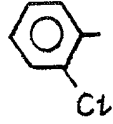
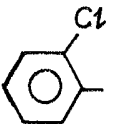
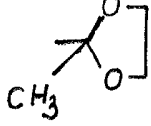
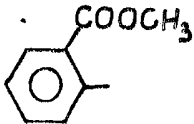
K 11,4 g (0,05 mol) 2-amino-4-diethoxymethyl-6-methoxy-s-triazinu v 50 ml dichlormethanu se při teplotě 0 až 5 °C přikape roztok 11 g (0,05 mol) 2-chlorfenylsulfonylisokyanátu ve 20 ml dichlormethanu. Reakční směs se dále míchá 18 hodin při teplotě

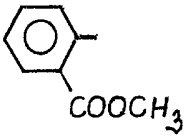
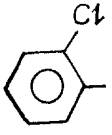
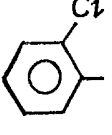
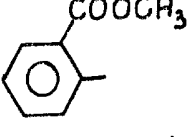
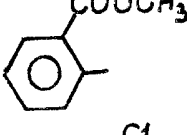
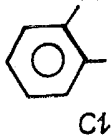
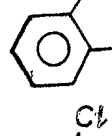
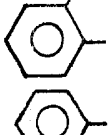
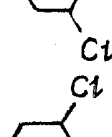
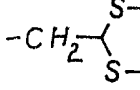
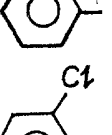
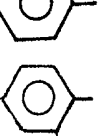
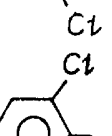
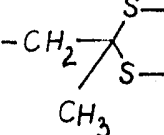
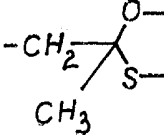
místnosti, potom se přidá n-hexan a vyloučený reakční produkt se odfiltruje. Získá se 18,3 g (82 % teorie) N-(2-chlorfenylsulfonyl)-N'-(4-diethoxymethyl-6-methoxy-s-triazin-2-yl)močoviny o teplotě tání 126 až 127 °C.

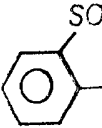
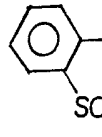
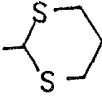
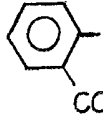
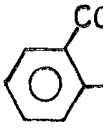
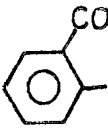
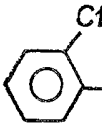
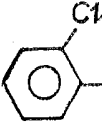
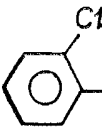
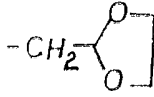
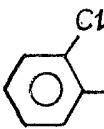
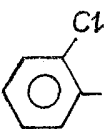
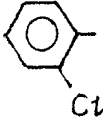
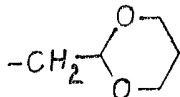
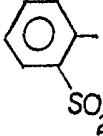
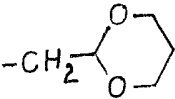
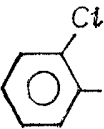
Analogickým způsobem se za použití odpovídajících výchozích látek získají sloučeniny vzorce I uvedené v následující tabulce II, přičemž Z znamená vždy dusík:

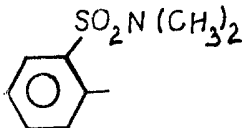
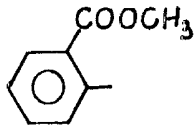
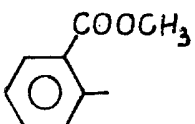
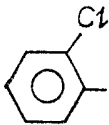
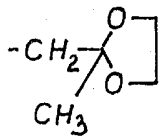
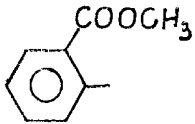
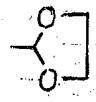
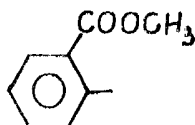
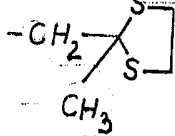
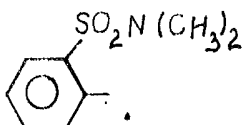
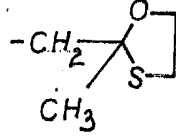
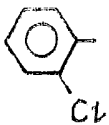
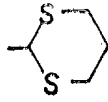
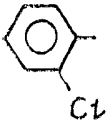
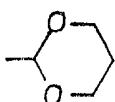
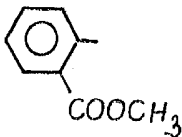
Tabulka II

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání (°C)
149		0	OCH ₃		129—131
150		0	OCH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	132—133
154		0	OCH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	137—138
155		0	OCH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	141—142
156		0	OCH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	154—155
161		0	OCH ₃	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	95—96
162		0	OCH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	103—104
164		0	OCH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	119—121

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání (°C)
165		0	OCH ₃		154—155
166		0	OCH ₃	$-\text{C}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ CH_3	148—149
171		0	OCH ₃		156—157
172		0	OCH ₃		147—149
177		0	OCH ₃	$-\text{CH}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	84—85
178		0	OCH ₃		87—88
181		0	OCH ₃		120—121
182		0	OCH ₃		159—160
186		0	OCH ₃		131—132
187		0	OC ₂ H ₅	$-\text{CH}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	132—133
188		0	N(CH ₃) ₂	$-\text{CH}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	151—152
192		0	OCH ₃		137—139
193		0	OC ₂ H ₅	$-\text{CH}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	129—130

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání (°C)
194		0	N(CH ₃) ₂	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	99
195		0	N(CH ₃) ₂	—CH(OCH ₃) ₂	162—163
199		0	OCH ₃		152—153
200		0	OCH ₃		133—135
201		0	OCH ₃		135—136
202		0	OCH ₃	—CH ₂ —CH(OC ₂ H ₅) ₂	110—112
204		0	OCH ₃	—CH(SCH ₃) ₂	129—130
205		0	N(CH ₃) ₂		148—150
210		0	OCH ₃		140—141
211		0	O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	—CH(OCH ₃) ₂	pryskyřice
212		0	O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	pryskyřice
213		0	OCH ₃		137—138
214		0	OCH ₃		117—118

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání [°C]
215		0	OCH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	pryskyřice
218		0	OCH ₃		155—156
219		0	OC ₂ H ₅	—CH(OCH ₃) ₂	148—149
220		0	N(CH ₃) ₂	—CH(OCH ₃) ₂	150—151
221		0	OCH ₃	—CH(SCH ₃) ₂	148—149
222		0	OCH ₃	—CH ₂ —CH ₂ —CH(OCH ₃) ₂	138—139
225		0	OCH ₃	—CH ₂ —CH(OCH ₃) ₂	154—155
226		0	OCH ₃		132—135
228		0	N(CH ₃) ₂	—CH(SC ₂ H ₅) ₂	126—127
229		0	N(CH ₃) ₂	—CH(SCH ₃) ₂	165—166
232		0	OCH ₃		olej
234		0	OCH ₃		olej
237		0	OC ₂ H ₅	—CH(OCH ₃) ₂	pryskyřice

příklad číslo	A	m	R ₃	B—R ₄	teplota tání [°C]
238		0	OCH ₃		98—99
239		0	O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	pryskyřice
240		0	O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	—CH(OCH ₃) ₂	pryskyřice
241		0	OCH ₃		121—124
243		0	OCH ₃		117—119
245		0	OCH ₃		132—133
246		0	OCH ₃		150—151
261	CH ₃ —CH=C— CH ₃	0	OC ₂ H ₅	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	64—66
273	CH ₃ —CH=C— CH ₃	0	N(CH ₃) ₂	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	83—86
275	CH ₃ —CH=C— CH ₃	0	OCH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	olej
283		0	N(CH ₃) ₂		203—204
284		0	OCH ₃		177—178
285		0	OCH ₃	CH ₂ —CH(OCH ₃) ₂	127—128

Příklad 286

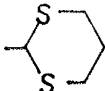
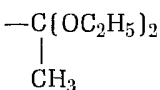
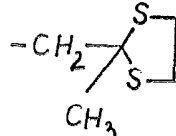
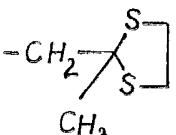
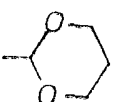
(Výchozí látky)

2-amino-4-diethoxymethyl-6-methoxy-s-triazin

K roztoku guanidino-O-methylisomočoviny, připravenému z 15,25 g (0,1 mol) hydrochloridu guanidino-O-methylisomočoviny, 80 ml absolutního methanolu a z roztoku 2,53 g (0,11 mol) sodíku ve 40 ml methanolu, se nechá při teplotě 0 °C přikapat 17,6 gramů (0,1 mol) ethylesteru diethoxyocto-

vé kyseliny. Reakční směs se míchá 20 hodin při teplotě místnosti, potom se zfiltruje, filtrát se zahustí, zbytek se vyjme 2N roztokem octové kyseliny, extrahuje se methylenchloridem, organická fáze se promyje vodou, vysuší se síranem sodným, zfiltruje se, filtrát se zahustí a zbytek se překrystaluje ze směsi etheru a n-hexanu. Získá se 15,4 g (67,5 % teorie) 2-amino-4-diethoxymethyl-6-methoxy-s-triazinu o teplotě tání 82 až 83 °C.

Analogickým způsobem se získají následující sloučeniny vzorce IV, v němž Z znamená vždy dusík:

příklad číslo	R ₃	B—R ₄	teplota tání (°C)
287	OCH ₃	—CH(OCH ₃) ₂	120—122
288	OCH ₃		130—132
289	OCH ₃		105—108
295	OCH ₃		135—137
296	OCH ₃		121
297	OCH ₃	—CH(CH ₃) ₂	75—79
298	OCH ₃		110—111
299	O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	—CH(OCH ₃) ₂	96—98
304	O(CH ₂) ₂ OC ₂ H ₅	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	77
306	N(CH ₃) ₂	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	117—118
307	N(CH ₃) ₂	—CH(OCH ₃) ₂	176—177
312	OC ₂ H ₅	—CH(OC ₂ H ₅) ₂	84—86
313	OC ₂ H ₅	—CH(OCH ₃) ₂	102—103
314	OCH ₃		111—115
315	OCH ₃		162—164
316	OCH ₃		118—122
317	OCH ₃	—CH ₂ —CH(OC ₂ H ₅) ₂	88—90

příklad číslo		B—R ₄	teplota tání (°C)
318	OCH ₃		166—167
319	OCH ₃		144—145
320	N(CH ₃) ₂		174—175
321	N(CH ₃) ₂		170
322	N(CH ₃) ₂	—CH(SCH ₃) ₂	142—143
323	N(CH ₃) ₂	—CH(SC ₂ H ₅) ₂	126—128
324	OCH ₃		125—129
331	N(CH ₃) ₂		226—229

Příklady ilustrující složení a přípravu prostředků:

Příklad A

Emulgovatelný koncentrát se získá z

- 15 dílů hmotnostních účinné látky,
- 75 dílů hmotnostních cyklohexanu jako rozpouštědla,
- 10 dílů hmotnostních oxethylovaného nonylfenolu (10 mol ethylenoxidu) jako emulgátoru.

Příklad B

Smáčitelný prášek, který je snadno dispergovatelný ve vodě, se získá tím, že se smísí

- 25 dílů hmotnostních účinné látky,
- 64 dílů hmotnostních křemene s obsahem kaolinu jako inertní látky a
- 1 díl hmotnostní sodné soli oleylmetyltaurinu jako smáčedla a dispergátoru, a získaná směs se rozemele na kolíkovém mlýnu.

Příklad C

Popraš se získá tím, že se smísí

- 10 dílů hmotnostních účinné látky a
- 90 dílů hmotnostních mastku jako inertní látky a směs se rozemele v kladivovém mlýnu.

Příklady ilustrující biologickou účinnost:

1. Preemergentní aplikace:

Semena, popřípadě kousky rhizomů jednoděložných a dvojděložných plevelů se vloží do jílovité půdy v květináčích (průměr 9 cm) z plastické hmoty a přikryjí se půdou. Sloučeniny podle vynálezu zpracované na smáčitelné prášky, popřípadě na emulgovatelné koncentráty, se aplikují na povrch půdy ve formě vodné suspenze nebo emulze. Použité množství vody na 1 květináč přitom po přepočtu odpovídá 600 až 800 litrům na 1 ha. Po ošetření se pokusné květináče umístí do skleníku a pokusné rostliny se pěstují za dobrých podmínek pro růst (teplota: 23 ± 1 °C; relativní vlhkost vzduchu 60 až 80 %). Po asi 3 týdnech se vizuálně hodnotí poškození rostlin. Ke srovnání přitom slouží neošetřené kontrolní rostliny.

Poškození plevelů, popřípadě snášitelnost kulturními rostlinami se přitom hodnotí podle následujícího klíče od 0 do 5:

Přitom znamená:

- 0 bez účinku
- 1 0 až 20% účinek
- 2 20 až 40% účinek
- 3 40 až 60% účinek
- 4 60 až 80% účinek
- 5 80 až 100% účinek

Tabulka 1

Účinek sloučenin podle vynálezu proti jednoděložným a dvojděložným plevelům při preemergentní aplikaci (ve srovnání s neošetřenou kontrolou).

sloučenina z příkladu	dávka kg/ha	herbicidní účinek			
		STM	AMR	LOM	ECG
1	2,5	5	5	5	5
2	2,5	5	5	5	5
3	2,5	5	5	5	5
4	2,5	5	5	5	5
6	2,5	5	5	5	5
7	2,5	5	5	5	5
8	2,5	5	5	5	5
9	2,5	5	5	5	5
10	2,5	5	5	5	5
12	2,5	5	5	5	4
13	2,5	5	5	5	5
14	2,5	5	5	5	5
17	2,5	2	3	1	1
18	2,5	1	2	1	1
19	2,5	4	5	5	4
20	2,5	5	5	5	5
22	2,5	5	5	5	5
23	2,5	5	5	5	4
24	2,5	5	5	5	5
26	2,5	4	5	5	5
29	2,5	5	5	5	5
30	2,5	0	5	4	4
31	2,5	5	5	5	5
32	2,5	4	5	4	4
33	2,5	4	5	4	3
42	2,5	5	5	5	5
43	2,5	4	—	5	—
92	2,5	4	5	5	4
72	2,5	3	5	3	1
93	2,5	5	5	5	5
90	2,5	3	4	4	2
91	2,5	4	5	5	5
96	2,5	5	5	5	5
95	2,5	5	5	5	5
94	2,5	4	5	5	4
97	2,5	5	5	5	5
99	2,5	4	5	5	4
104	2,5	5	5	5	5
100	2,5	5	5	5	5
101	2,5	5	5	5	5
146	2,5	5	5	5	5
147	2,5	4	—	5	—
141	2,5	5	5	5	5
142	2,5	5	5	5	5
143	2,5	3	4	4	4
144	2,5	5	5	5	4
145	2,5	4	5	5	5
148	2,5	5	5	5	5
154	2,5	5	5	5	5
155	2,5	5	5	5	5
156	2,5	5	5	5	5
161	2,5	5	5	5	5
162	2,5	5	5	5	5
150	2,5	5	5	5	5
164	2,5	5	5	5	5
149	2,5	5	5	5	5
165	2,5	5	5	3	4
166	2,5	5	5	5	5
171	2,5	5	5	5	5
172	2,5	4	5	3	5
177	2,5	5	5	5	5

238643

sloučenina z příkladu	dávka kg/ha	STM	herbicidní účinek		ECG
			AMR	LOM	
178	2,5	5	5	5	5
181	2,5	5	5	5	5
182	2,5	5	5	5	5
186	2,5	5	5	5	5
187	2,5	5	5	5	5
188	2,5	4	2	3	3
193	2,5	5	5	5	5
194	2,5	5	5	4	4
195	2,5	5	5	4	3
199	2,5	5	5	5	5
200	2,5	5	5	5	5
201	2,5	5	5	5	5
202	2,5	5	5	5	5
204	2,5	5	5	5	5
205	2,5	2	1	1	1
210	2,5	5	5	5	5
211	2,5	3	4	3	3
212	2,5	2	2	2	3
213	2,5	5	5	5	5
214	2,5	5	5	5	5
215	2,5	5	5	5	5
218	2,5	5	5	5	5
219	2,5	5	5	5	5
220	2,5	5	5	5	5
226	2,5	5	5	5	5
232	2,5	5	5	5	5
234	2,5	5	5	5	5
237	2,5	5	5	4	5
238	2,5	5	5	5	5
239	2,5	5	5	4	4
240	2,5	5	5	4	5
221	2,5	5	5	5	5
228	2,5	5	—	3	—
230	2,5	2	—	2	—
229	2,5	4	—	0	—
192	2,5	5	5	5	5
283	2,5	1	—	0	—
246	2,5	5	5	5	5
245	2,5	5	5	5	5
284	2,5	5	5	5	5
202	2,5	5	5	5	5
210	2,5	5	5	5	5
225	2,5	5	5	5	5
222	2,5	5	—	5	5
332	2,5	5	5	5	5
333	2,5	5	5	5	5
334	2,5	5	5	5	4
335	2,5	5	5	5	5
336	2,5	5	5	5	5
337	2,5	5	5	5	5
338	2,5	5	5	5	5
339	2,5	5	5	5	5
340	2,5	5	5	5	5
341	2,5	5	5	5	5
342	2,5	5	4	5	5
343	2,5	5	5	5	5
344	2,5	5	5	5	5
345	2,5	5	5	5	5
346	2,5	5	5	5	5
347	2,5	5	5	5	5
348	2,5	5	5	5	5
349	2,5	5	5	5	5
340	2,5	5	5	5	5
351	2,5	5	5	5	5
352	2,5	5	5	5	5
353	2,5	5	5	5	5

2. Postemergentní aplikace:

Semena jednoděložných a dvojděložných plevelů se zasejí do květináčů a pěstují se ve skleníku za dobrých růstových podmínek. 3 týdny po zasetí se pokusné rostliny ošetří ve stadiu 3 listů. Sloučeniny podle vynálezu, které jsou zpracovány na směsi-

telné prášky popřípadě na emulzní koncentráty, se palikují v různých dávkách postřikem na zelené části rostliny. Asi po 3 týdnech setrvání rostlin ve skleníku za optimálních růstových podmínek se vizuálně hodnotí účinek sloučenin podle vynálezu ve srovnání s neošetřenými kontrolními rostlinami.

Tabulka 2

Účinek sloučenin podle vynálezu na jednoděložné a dvojděložné plevely při postemergentní aplikaci (srovnání s neošetřenou kontrolou).

sloučenina z příkladu	dávka kg/ha	herbicidní účinek			
		STM	AMR	LOM	ECG
1	2,5	5	5	5	5
14	2,5	4	5	4	4
18	2,5			2	
19	2,5	4	5	4	3
3	2,5	4	5	5	4
4	2,5	5	5	4	5
17	2,5	2	2	2	
2	2,5	5	5	5	5
6	2,5	5	5	5	5
8	2,5	4	5	5	3
9	2,5	5	5	5	5
20	2,5	5	5	5	5
72	2,5	2	3	2	1
22	2,5	5	5	5	5
31	2,5	3	4	5	4
32	2,5	2	4	5	2
23	2,5	2	4	5	2
12	2,5	5	5	5	5
26	2,5	3	5	5	2
30	2,5	5	5	5	3
29	2,5	0	5	2	2
24	2,5	5	5	5	5
10	2,5	5	5	5	5
93	2,5	3	5	5	5
91	2,5	3	5	5	5
96	2,5	3	5	5	4
95	2,5	3	5	5	5
94	2,5	2	5	3	4
42	2,5	4	5	5	5
97	2,5	3	5	4	5
141	2,5	3	5	3	5
142	2,5	4	5	5	5
92	2,5	4	5	4	4
33	2,5	3	5	4	4
143	2,5	3	5	4	3
144	2,5	5	5	5	4
90	2,5	4	5	4	3
145	2,5	5	5	5	5
104	2,5	5	5	5	5
7	2,5	5	5	5	5
100	2,5	5	5	5	5
13	2,5	5	5	5	5
101	2,5	5	5	5	5
146	2,5	5	5	5	5
99	2,5	3	4	5	3
147	2,5	5	5	5	5
43	2,5	5	5	5	5
148	2,5	5	5	5	5
154	2,5	5	5	5	5
155	2,5	5	5	5	5
156	2,5	5	5	5	5

238643

sloučenina z příkladu	dávka kg/ha	herbicidní účinek			
		STM	AMR	LOM	ECG
161	2,5	5	5	5	5
162	2,5	5	5	5	5
150	2,5	3	5	4	5
164	2,5	5	5	5	5
149	2,5	5	5	4	4
165	2,5	5	5	3	5
166	2,5	5	5	5	5
171	2,5	5	5	5	5
172	2,5	4	5	3	5
177	2,5	5	5	5	5
178	2,5	5	5	5	5
181	2,5	5	5	5	5
182	2,5	5	5	5	5
186	2,5	5	5	5	5
187	2,5	4	5	5	5
188	2,5	0	2	2	2
193	2,5	5	5	5	5
194	2,5	4	5	4	4
195	2,5	3	3	2	2
199	2,5	5	5	4	4
200	2,5	5	5	5	5
201	2,5	5	5	5	5
204	2,5	5	5	5	5
205	2,5	3	1	2	1
211	2,5	3	3	2	1
212	2,5	3	2	2	2
213	2,5	5	3	4	3
214	2,5	5	3	4	3
215	2,5	5	1	5	4
218	2,5	5	4	5	5
219	2,5	5	5	5	5
220	2,5	5	4	4	3
237	2,5	5	4	4	4
238	2,5	5	5	5	5
239	2,5	5	5	3	4
240	2,5	4	4	3	2
221	2,5	5	5	5	5
228	2,5	5	3	3	2
230	2,5	2	1	1	0
229	2,5	2	1	2	0
192	2,5	5	5	5	4
283	2,5	0	0	0	0
246	2,5	5	5	5	5
245	2,5	5	5	5	4
284	2,5	5	5	5	5
202	2,5	5	5	5	5
210	2,5	5	5	5	5
225	2,5	5	5	5	5
222	2,5	5	—	5	5

Zkratky:

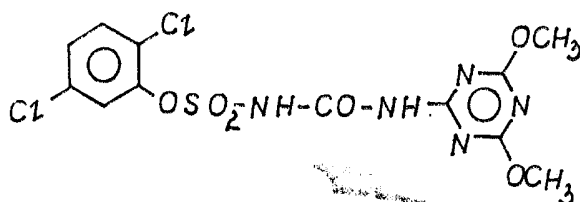
STM = *Stellaria media* (ptačinec žabinec)AMR = *Amaranthus retroflexus* (laskavec ohnutý)LOM = *Lolium multiflorum* (jílek mnohokvětý)ECG = *Echinochloa crus galli* (ježatka kuří noha)

Srovnávací příklad:

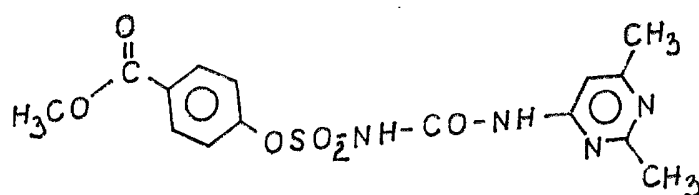
Stejným způsobem jako je popsán v předcházejícím příkladu 1 (preemergentní apli-

kace) a v příkladu 2 (postemergentní aplikace) se pro srovnání s účinkem sloučenin podle vynálezu testují následující sloučeniny A, B a C

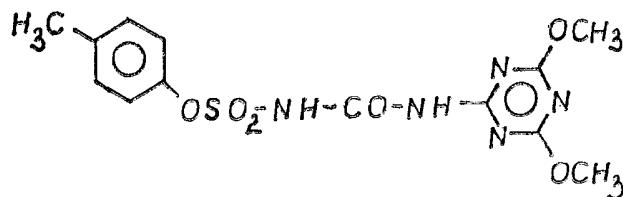
(A)



(B)



(C)



které jsou známy z amerického patentového spisu 4 191 553.

Výsledky těchto testů jsou shrnuty v následujících tabulkách 1a a 2a. Z uvedených

tabulek je naprosto zřejmá převaha sloučenin podle vynálezu nad známými sloučeninami.

Tabulka 1a

Preemergentní ošetření

srovnávací sloučenina	dávka kg/ha	STM	herbicidní účinek		ECG
			AMR	LOM	
A	2,5	1	1	0	0
B	2,5	0	0	0	0
C	2,5	3	2	0	0

Tabulka 2a

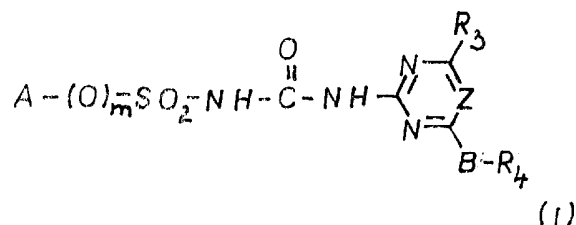
Postemergentní ošetření:

srovnávací sloučenina	dávka kg/ha	STM	herbicidní účinek		ECG
			AMR	LOM	
A	2,5	3	0	0	1
B	2,5	0	0	0	0
C	2,5	4	0	0	0

Hodnocení herbicidního účinku se provádí podle stejné stupnice jako v příkladech 1 a 2. Rovněž používané zkratky plevelů mají též význam jako v příkladech 1 a 2.

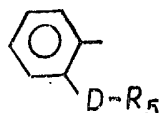
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce I



v němž

A znamená popřípadě vždy chlorem substituovanou alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo znamená skupinu obecného vzorce

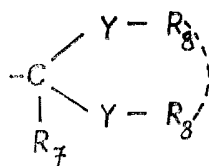


m znamená nulu nebo číslo 1,

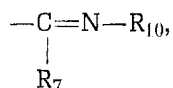
R_3 znamená atom vodíku, atom chloru, nitroskupinu, dimethylaminoskupinu, methylovou skupinu, která je popřípadě substituována methoxyskupinou, dále znamená alkoxykupinu s 1 až 2 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována alkoxykupinou s 1 až 2 atomy uhlíku,

B a D znamenají nezávisle na sobě vždy jednoduchou chemickou vazbu nebo B znamená methylenovou skupinu nebo ethylenovou skupinu,

R_4 znamená skupinu vzorce $-CO-R_7$, skupinu vzorce



nebo znamená skupinu vzorce



kde

Y znamená kyslík nebo síru,

R_8 znamenají každý alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo oba zbytky R_8 tvoří společně ethylenový nebo propylenový můstek a

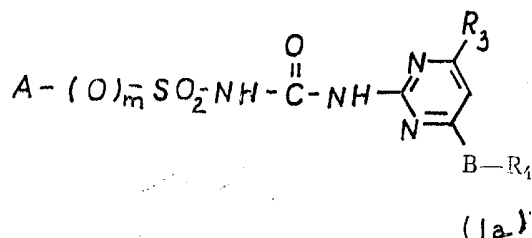
R_{10} znamená hydroxyskupinu nebo methoxykupinu,

R_5 znamená atom halogenu, nitroskupinu, skupinu $OCHF_2$, methylovou skupinu, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, skupinu $-SO_2-N(\text{alkyl})_2$, ve které „alkyl“ znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, nebo znamená alkoxykarbo-nylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku v alkoxylové části, a

R_7 znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu a

Z znamená atom dusíku nebo methinovou skupinu, nebo její fyziologicky použitelnou sůl s bází nebo sůl s kyselinou.

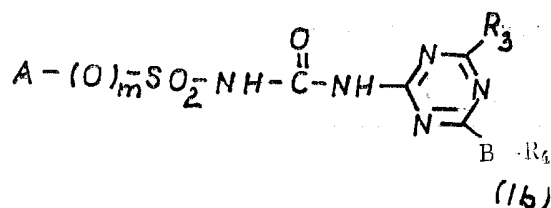
2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce Ia



v němž

A, m, B, R_3 a R_4 mají význam uvedený v bodě 1, nebo její fyziologicky použitelnou sůl s bází nebo sůl s kyselinou.

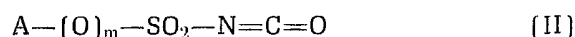
3. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu sloučeninu obecného vzorce Ib



v němž

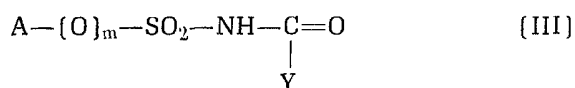
A, m, B, R_3 a R_4 mají význam uvedený v bodě 1, nebo její fyziologicky použitelnou sůl s bází nebo sůl s kyselinou.

4. Způsob výroby účinné složky podle bodu 1, obecného vzorce I, jakož i fyziologicky použitelných solí těchto sloučenin s bází nebo s kyselinou, vyznačující se tím, že se na sloučeniny obecného vzorce II



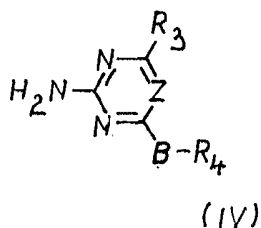
v němž

A a m mají význam uvedený v bodě 1, nebo na sloučeniny obecného vzorce III



v němž

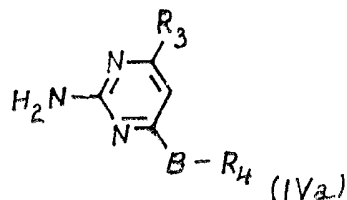
A a m mají význam uvedený v bodě 1 a Y znamená chlor, alkoxykupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo fenoxyskupinu, působí sloučeninami obecného vzorce IV



v němž

R₃, R₄, B a Z mají význam uvedený v bodě 1, a popřípadě se získané sloučeniny vzorce I převedou odštěpením halogenovodíku, adicí halogenu na přítomné vícenásobné vazby nebo tvorbou soli na jiné shora definované sloučeniny obecného vzorce I.

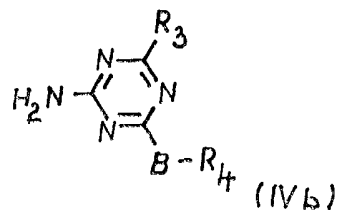
5. Způsob podle bodu 4 k výrobě účinné složky podle bodu 2, obecného vzorce Ia, jakož i fyziologicky použitelných solí těchto sloučenin s báží nebo s kyselinou, vyznačující se tím, že se na sloučeniny obecného vzorce II nebo III, ve kterých A a m mají význam uvedený v bodě 1 a Y má význam uvedený v bodě 4, působí sloučeninami obecného vzorce IVa



v němž

B, R₃ a R₄ mají význam uvedený v bodě 1, a popřípadě se získané sloučeniny vzorce Ia převedou odštěpením halogenovodíku, adicí halogenu na přítomné vícenásobné vazby nebo tvorbou soli na jiné shora definované sloučeniny obecného vzorce Ia.

6. Způsob podle bodu 4 k výrobě účinné složky podle bodu 3, obecného vzorce Ib, jakož i fyziologicky použitelných solí těchto sloučenin s báží nebo s kyselinou, vyznačující se tím, že se na sloučeniny obecného vzorce II nebo III, ve kterých A a m mají význam uvedený v bodě 1 a Y má význam uvedený v bodě 4, působí sloučeninami obecného vzorce IVb



v němž

B, R₃ a R₄ mají význam uvedený v bodě 1, a popřípadě se získané sloučeniny vzorce Ib převedou odštěpením halogenovodíku, adicí halogenu na přítomné vícenásobné vazby nebo tvorbou soli na jiné shora definované sloučeniny obecného vzorce Ib.