



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

255866

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 43/56

(22) Přihlášeno 30 01 86
(21) PV 676-86.H
(32) (31)(33) Právo přednosti od 02 02 85
(P 35 03 609.5) Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 16 07 87

(45) Vydáno 16 01 89

(72) Autor vynálezu

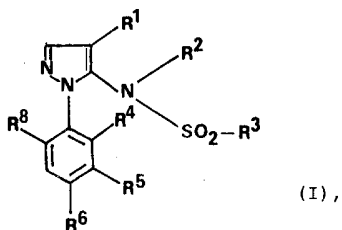
SCHALLNER OTTO dr., MONHEIM, GEHRING REINHOLD dr., WUPPERTAL,
STETTER JÖRG dr., WUPPERTAL, SANTEL HANS-JOACHIM dr., LEVERKUSEN
SCHMIDT ROBERT R. dr., BERGISCH GLADBACH (NSR)

(73) Majitel patentu

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, LEVERKUSEN (NSR)

(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinných látek

Herbicidní prostředek, který jako účinnou složku obsahuje alespoň jeden 5-sulfonamido-1-arylpyrazol obecného vzorce I



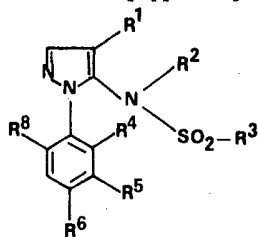
v němž R¹ znamená atom vodíku, nitroskupinu nebo nitrososkupinu, R² znamená atom vodíku, kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku substituovaný amoniový kationt, R³ znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, R⁴ znamená atom halogenu, R⁵ znamená atom vodíku nebo atom halogenu, R⁶ znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a R⁸ znamená atom vodíku nebo atom halogenu, a způsob výroby 5-sulfonamido-1-arylpyrazolů obecného vzorce I.

Vynález se týká herbicidního prostředku, který obsahuje jako účinnou složku nové 5-sulfonamido-1-arylpyrazoly. Dále se vynález týká způsobu výroby těchto nových 5-sulfonamido-1-arylpyrazolů a jejich použití jako herbicidů.

Je již známo, že určité 1-arylpyrazoly, jako například 4-kyan-5-propionamido-1-(2,3,4-trichlorfenyl)pyrazol, mají herbicidní, zvláště pak také selektivně herbicidní vlastnosti (srov. například DE-OS 3 226 513).

Herbicidní účinnost těchto dříve známých 1-arylpyrazolů vůči škodlivým rostlinám není však stejně jako jejich snášenlivost důležitými kulturními rostlinami vždy ve všech oblastech aplikace plně uspokojivá.

Nyní bylo zjištěno, že nové 5-sulfonamido-1-arylpyrazoly obecného vzorce I.



(I),

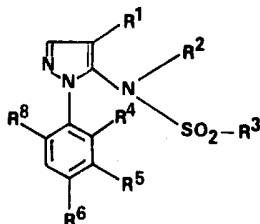
v němž

- R^1 znamená atom vodíku, nitroskupinu nebo nitrososkupinu,
 R^2 znamená atom vodíku, kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku substituovaný amoniový kationt,
 R_3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
 R^4 znamená atom halogenu,
 R^5 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,
 R^6 znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a
 R^8 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,

mají herbicidní vlastnosti, zejména pak také selektivní herbicidní vlastnosti.

Předmětem předloženého vynálezu je tudíž herbicidní prostředek, který se vyznačuje tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jeden 5-sulfonamido-1-arylpyrazol shora uvedeného a definovaného obecného vzorce I.

Předmětem předloženého vynálezu je rovněž způsob výroby nových 5-sulfonamido-1-arylpyrazolů obecného vzorce I.

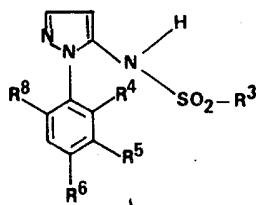


(I),

v němž

- R^1 znamená atom vodíku, nitroskupinu nebo nitrososkupinu,
 R^2 znamená atom vodíku, kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku substituovaný amoniový kationt,
 R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
 R^4 znamená atom halogenu,
 R^5 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,

R^6 znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a
 R^8 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,
 který spočívá v tom, že se 5-sulfonamidopyrazoly obecného vzorce Ib



(Ib),

v němž
 R^3 , R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam,
 substituují v poloze 4 působením elektrofilních činidel obecného vzorce IV



v němž
 R^1 znamená nitroskupinu nebo nitrososkupinu a
 E znamená odštěpitelnou skupinu přitahující elektrony,

popřípadě v přítomnosti ředidla a popřípadě v přítomnosti katalyzátoru nebo pomocného reakčního činidla, načež se popřípadě získané sloučeniny uvádějí v reakci se sloučeninami obecného vzorce VI



v němž
 $M^{(+)}$ znamená kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku substituovaný amoniový kationt a G
 $G^{(-)}$ znamená ekvivalent odpovídajícího protiiontu.

5-sulfonamido-1-arylpirazoly obecného vzorce I podle vynálezu vykazují s překvapením vedle výrazně lepší obecné herbicidní účinnosti vůči škodlivým rostlinám (plevelům) značně zlepšenou snášenlivost důležitými kulturními rostlinami, než ze stavu techniky známé 1-arylpirazoly, jako například 4-kyan-5-propionylamino-1-(2,3,4-trichlorfenyl)pyrazol, který je po stránce chemické a co do účinku nejbližší příbuznou sloučeninou.

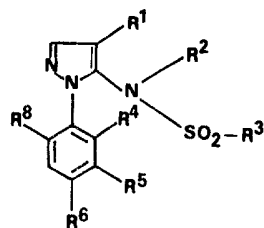
5-sulfonamido-1-arylpirazoly podle vynálezu jsou obecně definovány vzorcem I.

Zvláště výhodnými jsou sloučeniny obecného vzorce I, v němž

R^1 znamená atom vodíku, nitroskupinu nebo nitrososkupinu,
 R^2 znamená atom vodíku, kationt sodíku, draslíku, ekvivalent kationtu hořčíku, vápníku, barya nebo znamená popřípadě jednou a třikrát stejně nebo různě metylovou skupinou, etylovou skupinou, n-propylovou skupinou nebo isopropylovou skupinou, n-, iso-, sek. nebo terc. butylovou skupinou substituovaný amoniový kationt,
 R^3 znamená metylovou skupinu, etylovou skupinu, n-propylovou skupinu nebo isopropylovou skupinu, n-butylovou skupinu, isobutylovou skupinu, sek.butylovou skupinu nebo terc.butylovou skupinu, chlormetylovou skupinu, dichlormetylovou skupinu, trifluormetylovou skupinu,
 R^4 znamená atom fluoru, chloru, bromu nebo jódu,
 R^5 znamená atom vodíku nebo atom fluoru, chloru, bromu nebo jódu,
 R^6 znamená trifluormetylovou skupinu, trichlormetylovou skupinu, dichlorfluormetylovou skupinu, difluorchlormetylovou skupinu, chlormetylovou skupinu, dichlormetylovou skupinu, difluormetylovou skupinu, pentafluoretylovou skupinu, tetrafluoretylovou skupinu, trifluorchlormetylovou skupinu, trifluorchlormetylovou skupinu, difluordichlor

etylovou skupinu, trifluordichloretylovou skupinu, pentachloretylovou skupinu, a R^8 znamená atom vodíku nebo atom fluoru, chloru, bromu nebo jodu.

Jednotlivě lze kromě sloučenin uvedených v příkladech provedení jmenovat v následující tabulce 1 shrnuté 5-sulfonamido-1-arylpyrazoly obecného vzorce I



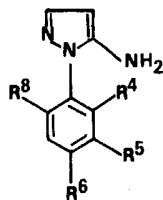
(I),

T a b u l k a 1

R^1	R^2	R^3	R^4	R^5	R^6	R^8
H	H	CH ₃	Cl	H	Cl	Cl
H	H	CH ₃	Cl	Cl	Cl	H
H	H	CH ₃	Cl	H	CF ₃	Br
H	H	CH ₃	Cl	H	CF ₃	Cl
H	H	C ₄ H ₉	Cl	Cl	CF ₃	Cl
NO	H	C ₄ F ₉	Cl	Cl	CF ₃	Cl
NO ₂	H	CH ₃	Cl	H	CF ₃	Br

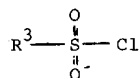
Nové 5-sulfonamido-1-arylpyrazoly obecného vzorce I se mohou kromě shora popsaným postupem podle vynálezu připravovat také tím, že se

a) 5-aminopyrazoly obecného vzorce II



(II),

v němž R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam, nechají reagovat se sulfochloridy obecného vzorce III

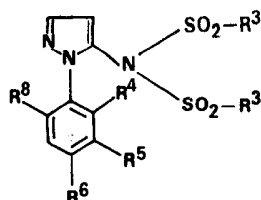


(III),

v němž R^3 má shora uvedený význam,

popřípadě v přítomnosti ředidla a popřípadě v přítomnosti činidla vázajícího kyselinu, nebo tím, že se

b) bisulfonylaminy obecného vzorce Ia

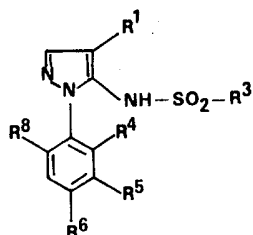


(Ia),

v němž

R^3 , R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam, získané podle postupu a), stěpí působením báží popřípadě v přítomnosti ředidla, nebo tím že se

c) 5-sulfonamidopyrazoly obecného vzorce Ic

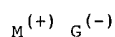


(Ic),

v němž

R^1 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam, získané postupem a), b) nebo postupem podle vynálezu,

uvádějí v reakci se sloučeninami obecného vzorce VI



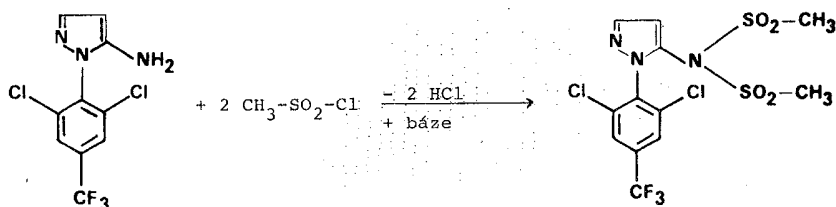
(VI),

v němž

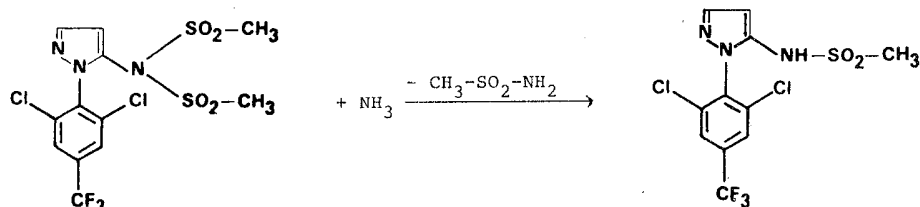
$M^{(+)}$ znamená kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku substituovaný amoniový kationt a

$G^{(-)}$ znamená ekvivalent odpovídajícího protiiontu.

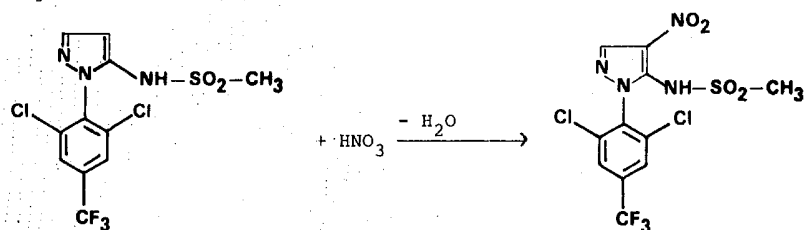
Použije-li se jako výchozích látek například 5-amino-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetyl)fenylpyrazolu a chloridu metansulfonové kyseliny, pak lze průběh reakce postupem podle varianty a) znázornit následujícím reakčním schématem:



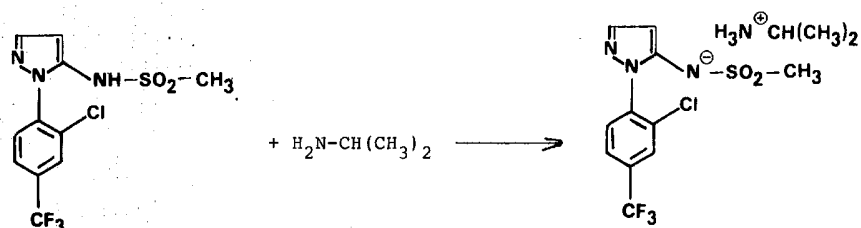
Použije-li se jako výchozích látek například 5-[N,N-bis-(metansulfonyl)amino]-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetyl)fenylpyrazolu a amoniaku, pak lze průběh postupu podle varianty b) znázornit následujícím reakčním schématem:



Použije-li se jako výchozích látek například 5-metansulfonamido-1-(2,6-dichlor-4-trifluor-metyl)-fenzylpyrazolu a kyseliny dusičné, pak lze průběh reakce postupem podle vynálezu znázornit následujícím reakčním schématem:



Použije-li se jako výchozích látek například 5-metansulfonamido-1-(2-chlor-4-trifluor-metyl)fenzylpyrazolu a isopropylaminu, pak lze průběh reakce případného druhého stupně postupu podle vynálezu znázornit následujícím reakčním schématem:

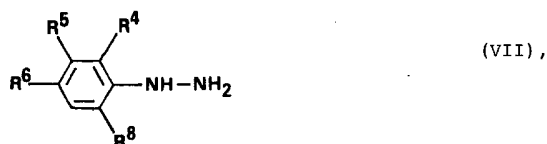


5-aminopyrazoly, které se používají jako výchozí látky při provádění postupu podle varianty a), jsou obecně definovány obecným vzorcem II. V tomto obecném vzorci II znamená obecné symboly R^4 , R^5 , R^6 a R^8 výhodně ty substituenty, které již byly uvedeny jako výhodné v souvislosti s popisem sloučenin obecného vzorce I pro tyto substituenty.

5-aminopyrazoly obecného vzorce II jsou částečně známými sloučeninami (srov. například J. Org. Chemistry 36, 2972 - 2974 (1971); J. Heterocycl. Chem. 7, 345 - 349 (1970); C. A. 62, 13 137c).

Dosud neznámé substituované 5-aminopyrazoly obecného vzorce II se však popisují v DE-SO 3 402 308.

Tak se substituované 5-aminopyrazoly získají například tím, že se na fenzylhydrazin obecného vzorce VII



v němž

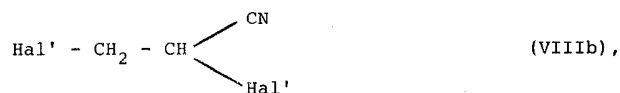
R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam, působí 2-halogenakrylonitrily obecného vzorce VIIIa



v němž

Hal znamená atom halogenu, zejména atom chloru nebo bromu, nebo

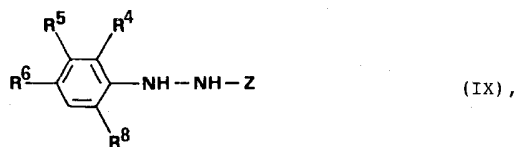
2,3-dihalogenpropionitrily obecného vzorce VIIb



v němž

Hal' znamená atom halogenu, zejména chloru nebo atom bromu,

buď nejdříve v 1. stupni, popřípadě v přítomnosti ředidla, jako například metanolu, jakož i popřípadě v přítomnosti pomocného reakčního činidla, jako například sírové kyseliny, při teplotách mezi -30 a $+50$ °C za vzniku derivátů fenyldiazinu obecného vzorce IX



v němž

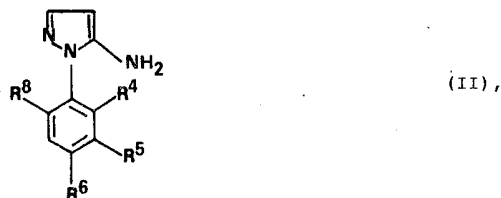
R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedené významy a
Z skupinu obecného vzorce



příčemž

Hal a Hal' znamenají stejné nebo rozdílné atomy halogenu,

a ty se ve 2. stupni, popřípadě v přítomnosti ředidla, jako například metanolu, a popřípadě v přítomnosti činidla vázajícího kyseliny, jako například uhličitanu sodného, cyklizují při teplotách mezi 50 a 150 °C, nebo se přímo v jediném reakčním stupni bez izolace meziprojektu obecného vzorce IX, popřípadě v přítomnosti ředidla, jako například etanolu, přímo cyklizují při teplotách mezi 50 a 150 °C za vzniku 5-aminopyrazolů obecného vzorce II



v němž

R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam.

Fenyldiaziny obecného vzorce VII jsou z největší části známými sloučeninami nebo se mohou připravovat podle známých postupu analogickým způsobem (srov. například Houben-Weyl "Methoden der organischen Chemie", sv. X, 2, Thieme Verlag Stuttgart 1967) tím, že se například známé aniliny obecného vzorce X



v němž

R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam,

uvádějí v reakci s dusitanem sodným v přítomnosti kyseliny, jako například kyseliny sírové, a potom s chloridem cínatým, rovněž za přítomnosti kyseliny, jako například chlorovodíkové kyseliny, při teplotách mezi -20 a $+80$ °C.

2-halogenakrylonitrily obecného vzorce VIIIa a 2,3-dihalogenpropionitrily obecného vzorce VIIIb jsou rovněž známými sloučeninami (srov. například J. Prakt. Chemie 321, 93 (1979); J. Heterocyclic Chem. 19, 1265 (1982); J. Heterocyclic Chem. 19, 1267 (1982)).

Sulfonylchloridy, které jsou potřebné jako další výchozí látky při provádění postupu podle varianty a) jsou obecně definovány vzorcem III. Výhodné jsou sloučeniny obecného vzorce III, v němž R^3 znamená výhodně ty skupiny, které již byly pro tento symbol uvedeny jako výhodné při popisu sloučenin obecného vzorce I.

Sulfonylchloridy obecného vzorce III jsou obecně známými sloučeninami organické chemie.

Bisulfonylaminy, které jsou potřebné jako výchozí látky při provádění postupu podle varianty b) jsou obecně definovány vzorcem Ia. V tomto obecném vzorci Ia znamenají symboly R^3 , R^4 , R^5 a R^6 a R^8 výhodně ty skupiny, které již byly pro tyto symboly uvedeny jako výhodné při popisu sloučenin obecného vzorce I.

Bisulfonylaminy se připravují pomocí postupu a).

5-sulfonamidopyrazoly, které jsou potřebné jako výchozí látky při provádění postupu podle vynálezu jsou obecně definovány obecným vzorcem Ib. V tomto vzorci Ib znamenají symboly R^3 , R^4 , R^5 , R^6 a R^8 výhodně ty skupiny, které již byly pro tyto symboly uvedeny jako výhodné v souvislosti s popisem sloučenin obecného vzorce I.

5-sulfonamidopyrazoly obecného vzorce Ib jsou novými sloučeninami a dají se získat postupy a) nebo b).

Elektrofilní činidla, která jsou potřebná jako další výchozí látky při provádění postupu podle vynálezu jsou obecně definována vzorcem IV. V tomto obecném vzorci IV znamená symbol R^1 nitrososkupinu nebo nitroskupinu. Symbol E znamená výhodně atom halogenu, zejména chloru, nebo bromu, hydroxyskupinu, alkylovou skupinu, alkylsulfonyloxyskupinu nebo arylsulfonyloxyskupinu, alkanolyloxyskupinu nebo aroyloxyskupinu. Dalšími použitelnými elektrofilními činidly jsou sulfonylchlorid, chlorid fosforečný, nitrační kyselina a další látky, které jsou obvykle použitelné k elektrofilním substitucím. Elektrofilní činidla vzorce IV rovněž jako dále uvedená obvyklá elektrofilní činidla, jsou obecně známými sloučeninami.

5-sulfonamidopyrazoly, které jsou potřebné jako výchozí látky při provádění postupu c) jsou obecně definovány vzorcem Ic. V tomto obecném vzorci Ic znamenají symboly R^1 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 a R^8 výhodně ty skupiny, které již byly uvedeny pro tyto symboly jako výhodné v souvislosti s popisem sloučenin obecného vzorce I.

5-sulfonamidopyrazoly obecného vzorce Ic jsou novými sloučeninami a připravují se pomocí postupů a), b) nebo postupem podle vynálezu.

Solitvorné sloučeniny, které jsou dále potřebné jako výchozí látky při provádění případného druhého stupně postupu podle vynálezu jsou obecně definovány vzorcem VI. Výhodně se používá hydroxidů, oxidů, uhličitánů, hydrogenuhličitánů nebo snadno rozpustných chloridů, síranů, fosforečnanů nebo dusičnanů alkalických kovů, kovů alkalických zemin, či amonných, jako například hydroxidu sodného, hydroxidu draselného, hydroxidu vápenatého, uhličitanu sodného, uhličitanu draselného, uhličitanu vápenatého nebo hydrogenuhličitanu sodného, hydrogenuhličitanu draselného nebo hydrogenuhličitanu vápenatého, chloridu vápenatého, chloridu barnatého nebo alkylaminů, jako trietylaminu, isopropylaminu, diisopropylaminu a butylaminu.

Jako ředidla pro provádění postupu podle varianty a) přicházejí v úvahu inertní organická rozpouštědla.

Výhodně se používá alifatických nebo aromatických, popřípadě halogenovaných uhlovodíků, jako například benzinu, benzenu, toluenu, xylenu, pentanu, hexanu, heptanu, cyklohexanu, petroléteru, ligroinu, metylenchloridu, chloroformu, tetrachlormetanu, chlorbenzenu nebo dichlorbenzenu, éterů, jako dietyléteru, diisopropyléteru, dioxanu, tetrahydrofuranu nebo etylenglykoldietyléteru nebo etylenglykoldimetyléteru, ketonů, jako acetonu, butanonu, metylisopropylketonu nebo metylisobutylketonu, esterů, jako etylacetátu, nitrilů, jako acetonitrilu nebo propionitrilu, amidů, jako dimetylformamidu, diethylformamidů, dimethylcetamidu, n-methylpyrrolidonu nebo hexametyltriamidu fosforečné kyseliny.

Jako činidla vázající kyseliny při provádění postupu podle varianty a) přicházejí v úvahu všechny obvykle použité anorganické a organické báze. Výhodně se používá hydridů, hydroxidů, amidů, uhličitánů nebo hydrogenuhličitánů alkalických kovů, jako například hydridu sodného, amidu sodného, hydroxidu sodného, uhličitanu sodného nebo hydrogenuhličitanu sodného nebo také terciárních aminů, jako například triethylaminu, N,N-dimetylanilinu, pyridinu, 4-(N,N-dimethylamino)pyridinu, diazabicyklooktanu, diazabicyklononenu nebo diazabicykloundecenu.

Reakční teploty se mohou při provádění postupu podle varianty a) měnit v širokém rozmezí. Obecně se pracuje při teplotách mezi -20 a 150 °C, výhodně mezi 0 a +100 °C.

Při provádění postupu podle varianty a) se používá na 1 mol 5-aminopyrazolu vzorce II obecně 1,0 až 20 mol, výhodně 1,0 až 15 mol sulfonylchloridu vzorce III a popřípadě 1,0 až 3,0 mol, výhodně 1,0 až 2,0 mol činidla vázajícího kyselinu. Provádění reakce, zpracování a izolace reakčních produktů vzorce I se provádí obecně obvyklým způsobem.

Jako ředidla pro provádění postupu podle varianty b) přicházejí v úvahu polární organická rozpouštědla nebo jejich směsi s vodou. Výhodně se používá alkoholů jako metanolu, etanolu nebo propanolu nebo jejich směsí s vodou.

Jako základní reakční složky přicházejí při provádění postupu podle varianty b) v úvahu všechny obvyklé anorganické nebo organické báze. Výhodně se používá aminů nebo roztoků amoniaku nebo uhličitanu alkalických kovů, popřípadě hydrogenuhličitánů alkalických kovů, jako uhličitanu sodného nebo uhličitanu draselného nebo hydrogenuhličitanu sodného.

Reakční teploty se mohou při provádění postupu podle varianty b) pohybovat v širokém rozmezí. Obecně se pracuje při teplotách mezi 0 a 80 °C, výhodně při teplotách mezi 20 °C a 40 °C.

Při provádění postupu podle varianty b) se používá na 1 mol bis-sulfonylaminu vzorce Ia obecně 1,0 až 30,0 mol, výhodně 1,0 až 15,0 mol báze.

Reakční směs se míchá tak dlouho ve vhodném ředidle (30 minut až 20 hodin), až již při chromatografické kontrole nelze prokázat přítomnost výchozí látky. Zpracování reakčních produktů vzorce I se provádí obvyklými metodami.

Jako ředidla pro provádění postupu podle vynálezu, přicházejí v úvahu všechna rozpouštědla, která jsou obvykle použitelná pro takovéto elektrofilní substituce. Výhodně se jako takových činidel používá kyselin nebo směsí, jako například kyseliny sírové, kyseliny dusičné, sulfonylchloridu nebo nitrační kyseliny, kteréžto látky přitom současně slouží jako ředidla. Jako ředidla přicházejí popřípadě v úvahu také inertní organická rozpouštědla, jako například ledová kyselina octová, etanol nebo chlorované uhlovodíky, jako metylenchlorid, chloroform, jakož i tetrachlormetan.

Jako katalyzátory nebo pomocná reakční činidla pro provádění postupu podle vynálezu, přicházejí v úvahu rovněž katalyzátory, které jsou obvyklé pro reakce tohoto typu. Výhodně lze uvést chlorovodíkovou kyselinu, sírovou kyselinu, chlorid železnatý nebo další Lewi-sovy kyseliny nebo acetanhydrid.

Reakční teploty se mohou při provádění postupu podle vynálezu pohybovat v širokém rozmezí. Obvykle se pracuje při teplotách mezi -50 a $+200$ °C, výhodně mezi -20 a 150 °C.

Při provádění postupu podle vynálezu se používá na 1 mol 5-aminopyrazolu obecného vzorce Ib obvykle 1,0 až 10,0 mol, výhodně 1,0 až 5,0 mol elektrofilního činidla vzorce IV a popřípadě 0,1 až 10 mol katalyzátoru nebo reakčního pomocného činidla. Provádění reakce, zpracování a izolace reakčních produktů vzorce I se provádí obecně obvyklým způsobem.

Jako ředidla pro provádění případného druhého stupně postupu podle vynálezu popřípadě postupu c) přicházejí v úvahu polární organická rozpouštědla, voda nebo vodné směsi. Výhodně se používá alkoholů, jako například metanolu, etanolu nebo propanolu, jejich vodných směsí nebo čisté vody.

Reakční teploty se mohou při provádění případného druhého stupně postupu podle vynálezu popřípadě stupně c) pohybovat v širokém rozmezí. Obecně se pracuje při teplotách mezi 0 a $+80$ °C, výhodně mezi $+20$ a $+40$ °C.

Při provádění případného druhého stupně postupu podle vynálezu popřípadě postupu c) se používá na 1 mol 5-sulfonamidopyrazolu vzorce Ic obecně 1,0 až 10 mol, výhodně 1,0 až 5,0 mol solitvorné kyseliny vzorce VI nebo aminu,

Za účelem výroby sodných, draselných nebo amonných solí se sloučenina vzorce Ic ve vodném roztoku nebo v organickém rozpouštědle, jako acetonu, metanolu, etanolu nebo dimethylformamidu, uvádí v reakci s hydroxidem sodným, hydroxidem draselným nebo hydroxidem amonným nebo s aminem a soli se izolují odfiltrováním nebo odpařením roztoku a poté se popřípadě čistí překrystalováním.

Vápenaté soli, barnaté soli a hořečnaté soli se vyrábějí ze sodných solí působením odpovídající anorganické soli kovu, například působením chloridu vápenatého nebo chloridu barnatého. Vápenaté soli se mohou vyrábět také reakcí sloučeniny vzorce Ic s hydroxidem vápenatým.

Účinné látky podle vynálezu se mohou používat jako defoliační prostředky, desikační prostředky, prostředky k hubení plevelů a zejména jako prostředky k ničení plevelů. Plevel-lem se v nejširším smyslu rozumí všechny rostliny, které rostou v místech, kde jsou nežádoucí. Skutečnost, zda účinné látky podle vynálezu působí jako totální nebo jako selektivní herbicidy, závisí v podstatě na použitém množství.

Účinné látky podle vynálezu se mohou například používat u následujících rostlin:

dvojděložné plevely rodů:

hořčice (Sinapis), řeřicha (Lepidium), svízel (Galium), ptačinec (Stellaria), heřmánek (Matricaria), rmen (Anthemis), pětour (Galinsoga), merlík (Chenopodium), kopřiva (Urtica), starček (Senecio), laskavec (Amaranthus), šrucha (Portulaca), řepeň (Xanthium), svlačec (Convolvulus), povíjnice (Ipomoea), rdesno (Polygonum), sesbanie (Sesbania), ambrosie (Ambrosia), pcháč (Cirsium), bodlák (Carduus), mléč (Sonchus), lilek (Solanum), rukev (Rorippa), Rotala, Lindernia, hluchavka (Lamium), rozrazil (Veronica), abutilon (Abutilon), Emex, durman (Datura), violka (Viola), konopice (Galeopsis), mák (Papaver), chrpa (Centaurea).

dvojděložné kulturní rostliny rodů:

bavlník (*Gossypium*), soja (*Glycine*), řepa (*Beta*), mrkev (*Daucus*), fazol (*Phaseolus*), hrách (*Pisum*), brambory (*Solanum*), len (*Linum*), vikev (*Vicia*), tabák (*Nicotiana*), rajská jablíčka (*Lycopersicon*), podzemnice olejná (*Arachis*), kapusta (*Brassica*), salát (*Lactuca*), okurka (*Cucumis*), tykev (*Cucurbita*).

jednoděložné plevely rodů:

ježatka (*Echinochloa*), bér (*Setaria*), proso (*Panicum*), rosička (*Digitaria*), bojínek (*Phleum*), lipnice (*Poa*), kostřava (*Festuca*), eleusine (*Eleusine*), *Brachiaria*, jílek (*Lolium*), sverp (*Bromus*), oves (*Avena*), šáchor (*Cyperus*), čirok (*Sorghum*), pýr (*Agropyron*), troskut (*Gynodon*), *Monochoria*, *Pimbristylis*, šípatka (*Sagittaria*), *Eleocharis*, *Scirpus*, *Paspalum*, *Ischaemum*, *Sphenoclea*, *Dactyloctenium*, psineček (*Agrostis*), psárka (*Alopecurus*), chundelka (*Apera*).

jednoděložné kulturní rostliny rodů:

rýže (*Oryza*), kukuřice (*Zea*), Pšenice (*Triticum*), ječmen (*Hordeum*), oves (*Avena*), žito (*Secale*), čirok (*Sorghum*), proso (*Panicum*), cukrová třtina (*Saccharum*), ananas (*Ananas*), chřest (*Asparagus*), česnek (*Allium*).

Použití účinných látek podle vynálezu není však v žádném případě omezeno na tyto rody, nýbrž se vztahuje stejným způsobem i na další rostliny.

Sloučeniny podle vynálezu jsou vhodné, v závislosti na koncentraci, k totálnímu potírání plevelů například na průmyslových a železničních plochách a na cestách a náměstích, popřípadě s porostem stromů. Sloučeniny podle vynálezu se mohou rovněž používat k potírání plevelů v dlouholetých kulturách, například lesních kulturách, v kulturách okrasných dřevin, ovocných stromů, ve vinicích, v kulturách citrusovníků, ořešáků, banánovníků, kávovníků, čajovníků, kaučukovníků, kokosových palm, kakaovníků, dále v kulturách rostlin s bobulovitými plody a na chmelnicích, a dále k selektivnímu potírání plevelů v jednoletých kulturách.

Účinné látky se mohou převádět na obvyklé prostředky, jako jsou roztoky, emulze, smáčitelné prášky, suspenze, prášky, popraše, pasty, rozpustné prášky, granuláty, koncentráty na bázi suspenzí a emulzí, účinné látky impregnované přírodními a syntetickými látkami, malé částice obalené polymerními látkami.

Tyto prostředky se vyrábějí známým způsobem, například smísením účinných látek s plnidly, tj. s kapalnými rozpouštědly nebo/a pevnými nosnými látkami, popřípadě za použití povrchově aktivních činidel, tj. emulgátorů nebo/a dispergátorů nebo/a zpěňovacích prostředků.

V případě použití vody jako nosné látky se mohou jako pomocná rozpouštědla používat například také organická rozpouštědla. Jako kapalná rozpouštědla přicházejí v úvahu: aromatické uhlovodíky, jako xylén, toluén nebo alkylnaftaleny, chlorované aromatické uhlovodíky nebo chlorované alifatické uhlovodíky, jako chlorbenzeny, chloretylen nebo metylenchlorid, alifatické uhlovodíky jako cyklohexan nebo parafinické uhlovodíky, například ropné frakce, alkoholy, jako butanol nebo glykol, jakož i jejich étery, a estery, ketony, jako aceton, metyletylketon, metylisobutylketon nebo cyklohexanon, silně polární rozpouštědla, jako dimetylformamid a dietylsulfoxid, jakož i voda.

Jako pevné nosné látky přicházejí v úvahu: například přírodní kamenné moučky, jako kaoliny, aluminy, mastek, křída, křemen, attapulgit, montmorillonit nebo křemelina, a syntetické kamenné moučky, jako vysoce disperzní kyselina křemičitá, kysličník hlinitý a křemičitany. Jako pevné nosné látky pro přípravu granulátů přicházejí v úvahu drcené a frakcionované přírodní kamenné materiály, jako vápenec, mramor, pemza, sepiolit, a dolomit, jakož i syntetické granuláty z organického materiálu, jako z pilin, skořápek kokosových ořechů, kukuřičných

palic a tabákových stonků. Jako emulgátory nebo/a zpěňovací činidla přicházejí v úvahu neinogenní a anionické emulgátory, jako polyoxyetylenestery mastných kyselin, polyoxyetylen-étery mastných alkoholů, například alkylarylpolyglykoléter, alkylsulfonáty, alkylsulfáty, arylsulfonáty a hydrolyzáty bílkovin, a jako dispergátory například lignin, sulfitové odpadní louhy a metylcelulóza.

Prostředky podle vynálezu mohou obsahovat adheziva, jako kaboxymethylcelulosu, přírodní a syntetické práškové, zrnité nebo latexovité polymery, jako arabskou gumu, polyvinylalkohol, a polyvinylacetát, jakož i přírodní fosfolipidy, jako kefaliny a lecitiny a syntetické fosfolipidy. Dalšími přísadami mohou být minerální a rostlinné oleje.

Dále mohou tyto prostředky obsahovat barviva, jako anorganické pigmenty, například oxid železitý, oxid titaničitý a ferrokyanidovou modř, a organická barviva, jako alizarinová barviva, azobarviva a kovová ftalocyaninová barviva, jako i stopové prvky, například soli železa, manganu, boru, medi, kobaltu, molybdenu a zinku.

Koncentráty obsahují obecně mezi 0,1 a 95 % hmotnostními, s výhodou mezi 0,5 a 90 % hmotnostními, účinné látky.

Účinné látky podle vynálezu se mohou používat při potírání plevelů samotné nebo ve formě prostředků a také ve směsi se známými herbicidy, přičemž se tyto látky mohou přimíchávat k již hotovým prostředkům nebo bezprostředně před aplikací.

Pro tyto směsi přicházejí v úvahu známé herbicidy, jako například 1-amino-6-ethylthio-3-(2,2-dimethylpropyl)-1,3,5-triazin-2,4-(1H,3H)-dion nebo N-(2-benzthiazolyl)-N,N'-dimethyl-močovina k hubení plevelů v obilovinách; 4-amino-3-methyl-6-fenyl-1,2,4-triazin-5(4H)-on k hubení plevelů v cukrové řepě a 4-amino-6-(1,1-dimethyletyl)-3-methylthio-1,2,4-triazin-5(4H)-on k hubení plevelů v sojových bobech.

Možné jsou rovněž směsi s N,N-dimethyl-N'-(3-trifluormethylfenyl)močovinou, N,N-dimethyl-N'-(3-chlor-4-methylfenyl)močovinou; N,N-dimethyl-N'-(4-isopropylfenyl)močovinou; 2,4-dichlor-fenoxyoctovou kyselinou; 2,4-dichlorfenoxypropionovou kyselinou; (2-methyl-4-chlorfenoxy)-octovou kyselinou; (4-chlor-2-methylfenoxy)propionovou kyselinou; 2-benzylxyetylesterem, trimethylsilylmetylesterem nebo 2,2-dietoxyetylesterem 2-[4-(3,5-dichlorpyrid-2-yloxy)fenoxy]-propionové kyseliny; metyl-5-(2,4-dichlorfenoxy)-2-nitrobenzoátem; 3,5-dijod-4-hydroxybenzo-nitrilem; 3-isopropyl-2,1,3-benzothiadiazin-4-on-2,2-dioxidem; 2-chlor-N-[(4-metoxi-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl)amino]karbonyl/benzensulfonamidem, 4-ethylamino-2-terc.butylamino-6-methylthio-s-triazinem; N-methyl-2-(benzthiazol-2-yloxy)acetamidem; N-(1-ethylpropyl-3,4-dimethyl-2,6-dinitroanilinem); 4-chlor-1',6'-diethyl-N-(2-propoxyetyl)acetanilidem nebo N,N-diisopropyl-(2,3,3-trichlorallyl)thiokarbamátem. Některé směsi vykazují překvapivě také synergický účinek.

Možná je rovněž směs s jinými známými účinnými látkami, jako jsou fungicidy, insekticidy, akaricidy, nematocidy, ochranné látky proti ozobu ptáky, látky sloužící pro výživu rostlin a prostředky ke zlepšení struktury půdy.

Účinné látky se mohou používat jako takové, ve formě prostředků nebo z nich dalším ředěním připravených aplikačních forem, jako jsou přímo upotřebitelné roztoky, suspenze, emulze, prášky, pasty a granuláty. Aplikace se provádí obvyklým způsobem, například zaléváním, postřikem, poprášením, posypem.

Účinné látky podle vynálezu je mohou aplikovat jak před vzejitím rostlin tak i po vzejití rostlin.

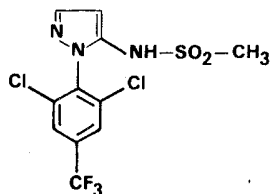
Účinné látky se mohou rovněž zpracovávat do půdy před setím. Používané množství látky se může pohybovat v širokém rozsahu. V podstatě závisí na druhu požadovaného efektu.

Používaná množství se obecně pohybují mezi 0,01 a 10 kg účinné látky na 1 ha povrchu půdy, výhodně mezi 0,05 a 5 kg účinné látky/ha.

V následujících příkladech se popisuje výroba a použití účinných látek podle vynálezu.

Příklady ilustrující způsob výroby účinných látek:

P ř í k l a d 1



(podle postupu a)):

5,9 g (0,02 mol) 5-amino-1-(2,6-dichloro-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu se rozpustí ve 40 ml metylenchloridu a k získanému roztoku se přikapou 4 ml (asi 3,9 g, tj. 0,047 mol) metansulfonylchloridu. Reakční směs se zahřívá 8 hodin pod zpětným chladičem, poté se ochladí a postupně se promyje vodou, zředěnou chlorovodíkovou kyselinou a nasyceným roztokem hydrogenuhlíčitanu sodného. Organická fáze se vysuší síranem hořečnatým a odpaří se ve vakuu.

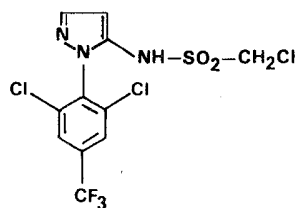
Získá se 7,6 g surového produktu, který sestává z mono- a dimesylovaného aminopyrazolu. Veškerý surový produkt se rozmíchá v asi 20 ml etanolu. Nerozpustný zbytek se odfiltruje, a k filtrátu rozpustnému v etanolu se přidá malé množství aktivního uhlí, směs se zfiltruje a filtrát se odpaří.

Získá se nahnědlý olej, který pozvolna vykristaluje. Výtěžek: 5,0 g (67 % teorie) 5-metan-sulfonamido-1-(2,6-dichloro-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu o teplotě tání 64 až 67 °C.

(podle postupu b)):

2 g (4,4 mmol) 5-bis-(metansulfon)imido-1-(2,6-dichloro-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu imido-1-(2,6-dichloro-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu se suspenduje ve směsi 5 ml etanolu a 5 ml koncentrovaného roztoku amoniaku a tato suspenze se míchá 16 hodin při teplotě místnosti; suspenze přitom přejde do roztoku. Rozpouštědlo se oddestiluje ve vakuu a olejovitý zbytek se vyjme metylenchloridem a zředěnou chlorovodíkovou kyselinou. Organická fáze se oddělí, promyje se roztokem chloridu sodného a vysuší se síranem hořečnatým. Po odpaření ve vakuu se získá 1,5 g (91 % teorie) 5-metansulfonamido-1-(2,6-dichloro-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu o teplotě tání 65 až 67 °C.

P ř í k l a d 2



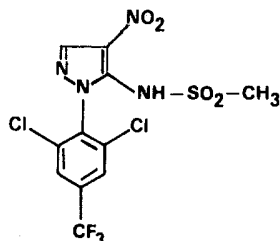
(podle postupu a)):

10 g (0,034 mol) 5-amino-1-(2,6-dichloro-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu se rozpustí ve 35 ml pyridinu. Při teplotě 0 až 5 °C se potom přikape roztok 21,4 g (0,068 mol) 47% chlor-metansulfochloridu v 1,2-dichlorbenzenu. Reakční směs se míchá 5 hodin, přičemž teplota reakční směsi pomalu vystoupí na 20 °C.

Potom se směs vylíje do ledové vody a provede se extrakce metylenchloridem. Organická fáze se oddělí, promyje se zředěnou chlorovodíkovou kyselinou a třikrát se extrahuje 100 ml nasyceného roztoku hydrogenuhličitanu sodného. Spojené vodné fáze se upraví 10% chlorovodíkovou kyselinou na pH 1 a vyloučený produkt se vyjme metylenchloridem. Metylenchloridová fáze se oddělí, promyje se nasyceným roztokem chloridu sodného, vysuší se síranem hořečnatým a zahustí se.

Získá se 8,7 g (63 % teorie) 5-chlormetansulfonamido-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetylfenyl)pyrazolu o teplotě tání 63 až 66 °C.

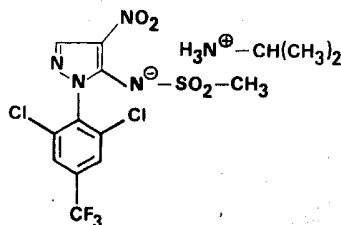
P ř í k l a d 3



(postupem podle vynálezu):

3,2 g (8,6 mmol) 5-metansulfonamido-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetylfenyl)pyrazolu se rozpustí v 10 ml ledové kyseliny octové a k tomuto roztoku se při teplotě 10 až 15 °C postupně přidá 0,8 ml (8,6 mmol) acethydridu a 0,4 ml (9,3 mmol) 98% chlorovodíkové kyseliny. Reakční směs se míchá 16 hodin při teplotě místnosti, zahustí se va vakuu a vyjme se 50 ml metylenchloridu. Tento roztok se potom třikrát extrahuje vždy 50 ml nasyceného roztoku hydrogenuhličitanu sodného. Spojené vodné fáze se pomocí zředěné chlorovodíkové kyseliny upraví na pH 1, vzniklá sraženina se rozpustí v metylenchloridu a oddělí se od vodné fáze. Potom se promyje roztokem chloridu sodného a vysuší se síranem hořečnatým. Po odpaření rozpouštědla ve vakuu se získá 2,8 g (78 % teorie) 5-metansulfonamido-4-nitro-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetylfenyl)pyrazolu o teplotě tání 163 °C.

P ř í k l a d 4

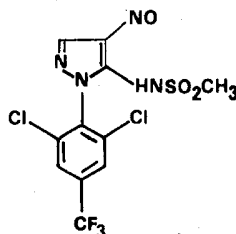


(podle postupu c)):

3 g (7,2 mmol) 5-metansulfonamido-4-nitro-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetylfenyl)pyrazolu se suspendují ve 40 ml etanolu a k získané suspenzi se přidá 1,1 ml (10,7 mmol) 70% alkoholického roztoku isopropylaminu. Vzniklý čirý roztok se zahustí ve vakuu.

Získá se 3,4 g (100 % teorie) 5-metansulfonamido-4-nitro-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetylfenyl)pyrazolu ve formě isopropylamoniové soli o teplotě tání 188 °C.

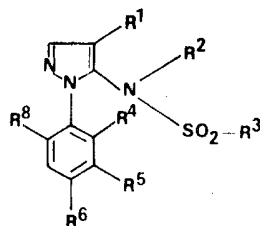
P ř í k l a d 5



(postupem podle vynálezu):

1,5 g (4,0 mmol) 5-metansulfonamido-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetylfenyl)pyrazolu se rozpustí ve 20 ml etanolu, získaný roztok se ochladí na 0 až 5 °C a potom se k němu přidá 1 ml etylnitrilu a 1 ml koncentrované chlorovodíkové kyseliny. Reakční směs se míchá asi 6 hodin při teplotě 0 °C až 5 °C a čtrnáct hodin při teplotě místnosti. Rozpouštědlo se oddestiluje ve vakuu, zbytek se vyjme 20 ml metylenchloridu a 10 ml vody, vodná fáze se upraví přidáním roztoku octanu sodného na pH 3 a organická fáze se potom oddělí, promyje se roztokem chloridu sodného a vysuší se síranem hořečnatým. Po odstranění rozpouštědla ve vakuu se získá 1,4 (87 % teorie) 5-metansulfonamido-4-nitroso-1-(2,6-dichlor-4-trifluormetylfenyl)pyrazolu o teplotě tání 151 až 153 °C.

Odpovídajícím způsobem a podle obecných údajů, které se týkají způsobu výroby, se rovněž získají v následující tabulce 2 uvedené 5-sulfonamido-1-arylpirazoly obecného vzorce I

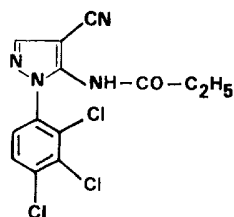


T a b u l k a 2

Příklad číslo	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R ⁵	R ⁶	R ⁸	Teplota tání (°C)
10	H	H	CH ₃	Cl	H	CF ₃	H	137-138
11	H	H	CH ₃	Cl	Cl	CF ₃	Cl	sklovitý produkt IČ (cm ⁻¹): ν _{sym} SO ₂ =1 165
13	H	H	CH ₃ -(CH ₂) ₃ -	Cl	H	CF ₃	Cl	olej IČ (cm ⁻¹): ν _{sym} SO ₂ =1 145
16	NO ₂	H	CH ₃	Cl	H	CF ₃	H	64
17	NO ₂	H	CH ₃	Cl	Cl	CF ₃	Cl	76
18	NO ₂	H	CH ₃ -(CH ₂) ₃ -	Cl	H	CF ₃	Cl	155-157
19	NO ₂	H	ClCH ₂ -	Cl	H	CH CF ₃	Cl	172-175
21	NO ₂	H	CF ₃	Cl	H	CF ₃	Cl	133-138 (rozklad)
22	H	H	CF ₃	Cl	H	CF ₃	Cl	>300
23	NO ₂	K ⁺	CH ₃	Cl	H	CF ₃	Cl	270 (rozklad)
24	NO ₂	1/2 Mg	2 ⁺ CH ₃	Cl	H	CF ₃	Cl	150-155
25	NO ₂	H ₃ N ⁺ -	CH ₂ -(CH ₂) ₃ -Cl	Cl	H	CF ₃	Cl	72
26	NO ₂	H ₃ N ⁺ -	-CH(CH ₃) ₂					
27	NO ₂	H ₃ N ⁺ -	ClCH ₂ -	Cl	H	CF ₃	Cl	128-129
30	NO ₂	K ⁺	CH ₃	Cl	Cl	CF ₃	Cl	250
31	NO ₂	1/2 Mg	2 ⁺ CH ₃	Cl	Cl	CF ₃	Cl	147
33	NO ₂	N ₃ N ⁺ -	CH ₃	Cl	Cl	CF ₃	Cl	105 (rozklad)
35	NO ₂	Na ⁺	CH(CH ₃) ₂	Cl	Cl	CF ₃	Cl	250

Příklady ilustrující biologickou účinnost:

V následujících příkladech, které ilustrují biologickou účinnost, bylo jako srovnávací sloučeniny použito sloučeniny dále uvedeného vzorce A



(A)

tj. 4-kyan-5-propionamido-1-(2,3,4-trichlorfenyl)pyrazolu (tato sloučenina je známa z DE-OS 3 226 513).

P ř í k l a d A

Preemergentní test

Rozpouštědlo: 5 dílů hmotnostních acetonu

Emulgátor: 1 díl hmotnostní alkylarylpolyglykoléteru

Za účelem přípravy vhodného účinného přípravku se smísí 1 díl hmotnostní účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla, přidá se uvedené množství emulgátoru a koncentrát se zředí vodu na požadovanou koncentraci.

Semena testovaných rostlin se zasejí do normální půdy a po 24 hodinách se půda zaleje účinným přípravkem. Přitom má být množství vody na jednotku plochy účelně konstantní. Koncentrace účinné látky v přípravku přitom nehraje žádnou roli, rozhodující je pouze aplikované množství účinné látky na jednotku plochy. Po třech týdnech se hodnotí stupeň poškození rostlin v % poškození ve srovnání s vývojem neošetřených kontrolních rostlin. Přitom znamená:

0 % = žádný účinek (jako neošetřená kontrola)

100 % = úplné zničení rostlin.

Při tomto testu vykazují značnou převahu v účinnosti stejně jako v selektivitě vůči užitkovým rostlinám ve srovnání se známým stavem techniky sloučeniny z následujících příkladů provedení: 3, 4, 16, 17, 23, 24 a 26.

Výsledky tohoto testu jsou shrnuty v následující tabulce A:

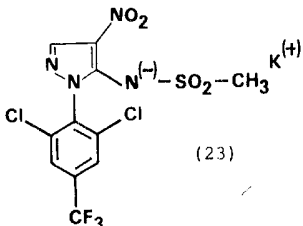
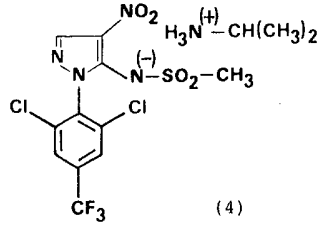
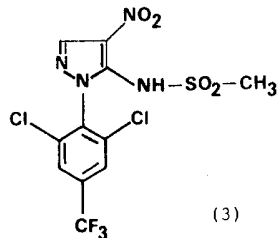
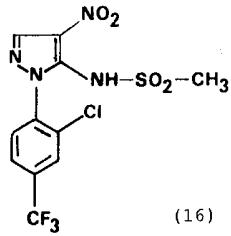
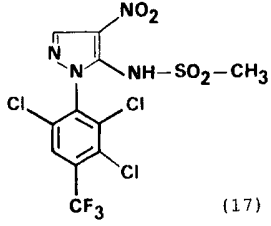
T a b u l k a A

Preemergentní test (pokus ve skleníku)

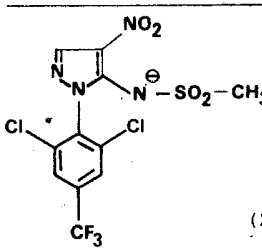
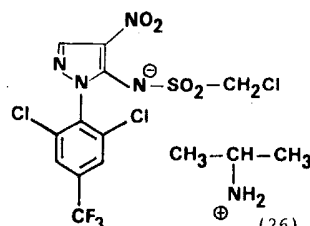
Účinná látka	Použité množství účinné látky (kg/ha)	pšenice	Galín- soga	Heli- anthus	Matri- caria	Sinapis
 (A)	0,25	40	80	70	100	0

(známá)

T a b u l k a A - pokračování

Účinná látka	Použité množství účinné látky (kg/ha)	pšenice	Galín- soga	Heli- anthus	Matri- caria	Sinapis
 (23)	0,25	0	100	90	95	95
 (4)	0,25	0	100	80	100	100
 (3)	0,25	10	100	95	100	100
 (16)	0,25	40	100	90	100	90
 (17)	0,25	0	100	100	100	100

T a b u l k a A - pokračování

Účinná látka	Použité množství účinné látky (kg/ha)	pšenice	Galín- soga	Heli- anthus	Matri- caria	Sinapis
 (24)	0,25	0	95	80	100	100
 (26)	0,25	0	100	30	100	60

P ř í k l a d B

Postemergentní test

Rozpouštědlo: 5 dílů hmotnostních acetonu

Emulgátor: 1 díl hmotnostní alkylarylpolyglykoléteru

K výrobě vhodného účinného prostředku se smísí 1 díl hmotnostní účinné látky s uvedeným množstvím rozpouštědla, přidá se uvedené množství emulgátoru a koncentrát se zředí vodou na požadovanou koncentraci.

Účinným přípravkem se postříkají testované rostliny o výšce asi 5 až 15 cm, tak aby se vždy na jednotku plochy aplikovalo požadované množství účinné látky. Koncentrace postřikové suspenze se volí tak, aby ve 2 000 litrech/ha bylo aplikováno vždy požadované množství účinné látky. Po třech týdnech se hodnotí stupeň poškození rostlin v procentech poškození ve srovnání s vývojem neošetřených kontrolních rostlin.

Přitom znamená:

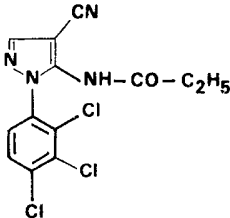
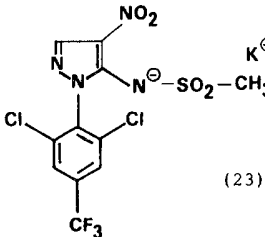
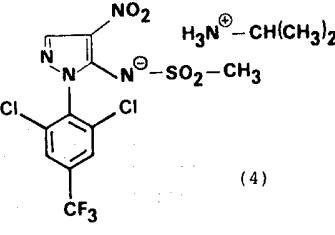
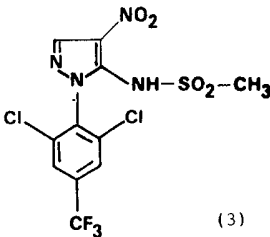
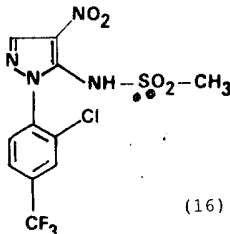
- 0 % = žádný účinek (jako u neošetřené kontroly)
100 % = úplné zničení rostlin.

Při tomto testu vykazují značnou převahu v účinnosti stejně jako v selektivitě vůči úžitkovým rostlinám ve srovnání se známým stavem techniky sloučeniny z následujících příkladů provedení: 3, 4, 16, 17, 23 a 25.

Výsledky tohoto testu jsou shrnuty v následující tabulce B:

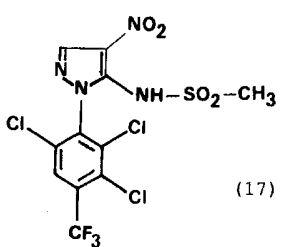
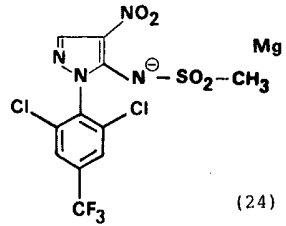
Tabulka B

Postemergentní test (pokus ve skleníku)

Účinná látka	Použité množství účinné látky (kg/ha)	pšenice	Galin- soga	Heli- anthus	Matri- caria	Sinapis	
	0,25	30	100	0	0	90	10
(A) (známá)							
 (23)	0,25	10	100	100	95	90	
 (4)	0,25	0	100	100	100	95	
 (3)	0,25	20	100	100	100	95	
 (16)	0,25	0	100	100	100	10	

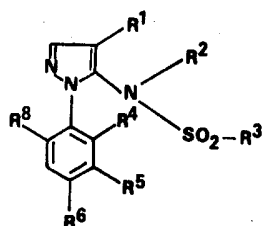
T a b u l k a B - pokračování

Postemergentní test (pokus ve skleníku)

Účinná látka	Použité množství účinné látky (kg/ha)	pšenice	Galini- soga	Heli- anthus	Matri- caria	Sinapis
 (17)	0,25	0	100	100	80	30
 (24)	0,25	20	100	100	90	50

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jeden 5-sulfonamido-1-arylpirazol obecného vzorce I



(I),

v němž

- R^1 znamená atom vodíku, nitroskupinu nebo nitrososkupinu,
 R^2 znamená atom vodíku, kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku substituovanou amoniovým kationtem,
 R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,
 R^4 znamená atom halogenu,
 R^5 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,
 R^6 znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a
 R^8 znamená atom vodíku nebo atom halogenu.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jeden 5-sulfonamido-1-arylpirazol obecného vzorce I,

v němž

- R^1 znamená atom, vodíku, nitroskupinu nebo nitrososkupinu,
 R^2 znamená atom vodíku, kationt sodíku, draslíku, ekvivalent kationtu hořčíku, vápníku, nebo barya, nebo znamená popřípadě metylovou skupinou, etylovou skupinou,

n-propylovou skupinou, isopropylovou skupinou, n-butylovou skupinou, isobutylovou skupinou, sek.butylovou skupinou nebo terc.butylovou skupinou substituovaný amoniový kationt,

R^3 znamená metylovou skupinu, etylovou skupinu, n-propylovou skupinu, isopropylovou skupinu, n-butylovou skupinu, isobutylovou skupinu, sek.butylovou skupinu nebo terc.butylovou skupinu, chlormetylovou skupinu, dichlormetylovou skupinu nebo trifluormetylovou skupinu,

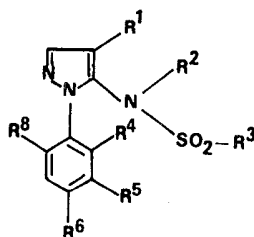
R^4 znamená atom fluoru, chloru, bromu, nebo jodu,

R^5 znamená atom vodíku, atom fluoru, chloru, bromu nebo jodu,

R^6 znamená trifluormetylovou skupinu, trichlormetylovou skupinu, dichlorfluormetylovou skupinu, difluorchlormetylovou skupinu, chlormetylovou skupinu, dichlormetylovou skupinu, difluormetylovou skupinu, pentafluoretylovou skupinu, tetrafluoretylovou skupinu, trifluorchloretylovou skupinu, trifluoretylovou skupinu, difluorchloretylovou skupinu, trifluordichloretylovou skupinu nebo pentafluoretylovou skupinu, a

R^8 znamená atom vodíku, atom fluoru, chloru, bromu nebo jodu.

3. Způsob výroby 5-sulfonamido-1-arylpirazolů obecného vzorce I



(I),

v němž

R^1 znamená atom vodíku, nitroskupinu nebo nitrososkupinu,

R^2 znamená atom vodíku, kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku substituovaný amoniový kationt,

R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

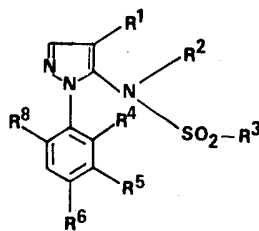
R^4 znamená atom halogenu,

R^5 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,

R^6 znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a

R^8 znamená atom vodíku nebo atom halogenu,

účinných podle bodu 1, vyznačující se tím, že se 5-sulfonamidopyrazoly obecného vzorce Ib



(Ib),

v němž

R^3 , R^4 , R^5 , R^6 a R^8 mají shora uvedený význam,

substituují v poloze 4 působením elektrofilních činidel obecného vzorce IV



(IV),

v němž

$R^{1'}$ znamená nitroskupinu nebo nitrososkupinu a

E znamená odštěpitelnou skupinu přitahující elektrony,

popřípadě v přítomnosti ředidla a popřípadě v přítomnosti katalyzátoru nebo pomocného reakčního činidla, načež se získané sloučeniny popřípadě uvádějí v reakci se sloučeninami obecného vzorce IV



(VI),

v němž

$M^{\oplus}$ znamená kationt alkalického kovu, ekvivalent kationtu kovu alkalické zeminy nebo popřípadě alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku substituovaný kationt a

$G^{\ominus}$ znamená ekvivalent odpovídajícího protiiontu.