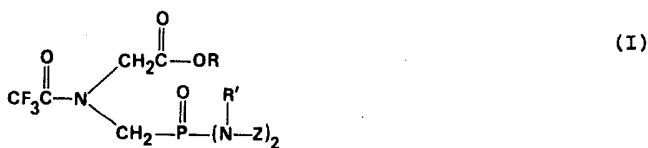


Nové amidové a hydrazidové deriváty N-trifluoracetyl-N-fosfonomethylglycinu podle tohoto vynálezu mají obecný vzorec I,



v němž R znamená alkylovou skupinu s 1 až 10 atomy uhlíku, nižší chloralkylovou skupinu, nižší alkoxy-(nižší)alkylovou skupinu se 3 až 6 atomy uhlíku nebo nižší alkoxy-(nižší)-alkoxy-(nižší)alkylovou skupinu s 5 až 9 atomy uhlíku,

R' znamená atom vodíku, nižší alkylovou skupinu, nižší alkenylovou skupinu nebo nižší alkinylou skupinu,

Z znamená člen skupiny, která sestává z alkylové skupiny s 1 až 6 atomy uhlíku, alkenylové skupiny s 2 až 6 atomy uhlíku, alkinylou skupiny se 3 až 6 atomy uhlíku, cykloalkylové skupiny se 3 až 7 atomy uhlíku nebo ze skupiny R², kde

$$\begin{array}{c}
 \text{R}^2 \\
 | \\
 \text{N}-\text{R}^3
 \end{array}$$

R² znamená nižší alkylovou, fenylovou nebo substituovanou fenylovou skupinu,

R³ znamená atom vodíku nebo nižší alkylovou skupinu anebo

R² a R³ spolu s atomem dusíku mohou znamenat heterocyklický kruh.

Termín "nižší chloralkylová skupina", jak je zde používán, znamená alkylové skupiny až se 4 atomy uhlíku v přímém nebo rozvětveném řetězci a až se 3 atomy chloru. Termíny "nižší alkylová skupina", "nižší alkenylová skupina", "nižší alkinylou skupina" a "nižší alkoxylová skupina", jak se zde používají, znamenají tyto skupiny až se 4 atomy uhlíku.

Ilustracemi alkoxyalkylových skupin R jsou metoxyetylová, metoxypropylová, metoxybutylová, etoxyetylová, etoxypropylová, propoxyetylová, propoxypropylová a podobné skupiny. Ilustracemi alkoxyalkoxyalkylových skupin R jsou například metoxyetoxetylová, metoxyetoxpropylová, metoxypropoxypropylová, metoxypropoxybutylová, etoxyetoxetylová, propoxypropoxypropylová a podobné skupiny.

Nové sloučeniny podle tohoto vynálezu se vyrábějí tak, že se ester dichloridu N-trifluoracetyl-N-fosfonomethylglycinu obecného vzorce II,



v němž R znamená, jak shora uvedeno, zpracuje s aminovou nebo hydrazinovou sloučeninou obecného vzorce



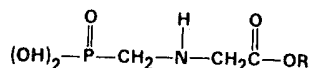
v němž R' a Z znamenají, jak shora uvedeno, v organickém rozpouštědle a za přítomnosti aminu, který slouží jako akceptor chlorovodíku, za v podstatě bezvodých podmínek při tep-

lotě asi od 10 °C asi do 50 °C, s výhodou při teplotách místnosti. Při výrobě sloučenin podle tohoto vynálezu shora uvedeným zpracováním se jako akceptor chlorovodíku používá buď nadbytek aminového činidla, nebo terciární amin. Aby se zajistila kompletnost zpracování, je výhodné používat akceptor chlorovodíku ve větším množství, než je stechiometrické, tedy v nadbytku. Termínem "terciární amin", jak je zde používán, se rozumí terciární alkylaminy, jako je trimethylamin, triethylamin, tributylamin, trihexylamin a podobné a rovněž tak i aromatické terciární aminy, jakými jsou například pyridin, chinolin a podobné.

Poměr reakčních složek se pohybuje v širokých mezích. Odborníkovi je však zřejmé, že každý atom chloru v dichloridu N-trifluoracetyl-N-fosfonomethylglycinu reaguje s jednou aminovou nebo hydrazinovou skupinou. Měly by se tedy reakční složky používat v alespoň ekvivalentních množstvích. Při použití těkavých aminů nebo hydrazinů je často žádoucí používat nadbytek aminu nebo hydrazinu.

Substituované fenylové skupiny R² znamenají takové skupiny, které obsahují až 5 substituentů vybraných ze skupiny sestávající z atomů halogenu, tj. atomu fluoru, chloru a bromu, nižší alkylové skupiny, jako je metylová, etylová, propylová a butylová skupina, nižší alkoxylové skupiny, jako je metoxylová, etoxylová, propoxylová a butoxylová skupina a podobných skupin. Mezi N-heterocyklické kruhy R' a Z patří například etylénimin, trimetylénin, pyrrolidin, piperidin, morfolin, pyrrol a podobné.

Estery dichloridů obecného vzorce II, které se používají jako reakční složka při výrobě sloučenin podle tohoto vynálezu, se vyrábějí tak, že se ester N-fosfonomethylglycinu obecného vzorce



v němž R znamená, jak shora uvedeno, zpracuje s anhydridem trifluoroctové kyseliny při teplotě asi od 10 °C asi do 35 °C. Nadbytek anhydridu se odstraní a reakční produkt se zpracuje s nadbytkem thionylchloridu varem pod zpětným chladičem. Odstraněním nadbytku thionylchloridu ve vakuu se vyrobí dichloridy obecného vzorce II.

Sloučeniny podle tohoto vynálezu jsou použitelné jako herbicidy.

Následující, neomezuující příklady slouží odborníkům pro demonstraci způsobu výroby a herbicidního použití specifických sloučenin podle tohoto vynálezu.

P ř í k l a d 1

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonomethyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) v 50 ml dietyléteru se po kapkách za dobrého míchání přidá pyrrolidin (3 g, 0,0423 molu) v 50 ml éteru. Reakční směs se míchá 1 1/2 hodiny při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se oddestiluje ve vakuu. Získá se 4,3 g světle hnědého viskózního oleje. Tento olej se extrahuje petroléterem. Vyrobí se etylester N-trifluoracetyl-N-(dipyrrolidinofosfonomethyl)glycinu (3,75 g) ve formě nepatrně zabarveného viskózního oleje, $n_D = 1,4500$.

Analýza:

vypočteno: 45,10 % C, 6,32 % H, 10,52 % N;
nalezeno: 44,96 % C, 6,24 % H, 10,48 % N.

P ř í k l a d 2

K roztoku butylaminu (3,1 g, 0,0423 molu) ve 40 ml éteru se po kapkách a za míchání přidá etylester N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) v 50 ml éteru. Reakční směs se míchá 2 1/2 hodiny, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu odpaří. Získá se světlý žlutý viskózní olej. Tento olej se rozpustí v petroléteru, promyje se třikrát vodou, vysuší se nad síranem hořečnatým a ve vakuu se odpaří. Vyrobí se tak 3,3 g etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dibutylamino-fosfonometyl)glycinu, $N_D = 1,4429$.

Analýza:

vypočteno: 44,65 % C, 7,26 % H, 10,42 % N;
nalezeno: 44,38 % C, 7,08 % H, 10,33 % N.

P ř í k l a d 3

K roztoku cyklohexylaminu (14,6 g, 0,147 molu) ve 100 ml éteru se po kapkách za míchání přidá etylester N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (11,55 g, 0,035 molu) ve 200 ml éteru. Reakční směs se míchá přes noc při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Získá se gumově pevná látka. Po zpracování s petroléterem se vyrobí etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/cyklohexylamino/fosfonometyl)glycinu (6,65 g) ve formě bílé pevné látky, t. t. 118,5 až 123 °C.

Analýza:

vypočteno: 50,10 % C, 7,30 % H, 6,80 % P;
nalezeno: 50,05 % C, 7,23 % H, 6,88 % P.

P ř í k l a d 4

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) v 75 ml tetrahydrofuranu (destilovaný) se po kapkách za intenzivního míchání přidá N-aminopiperidin (4,2 g, 0,0423 molu) ve 20 ml tetrahydrofuranu. Reakční směs se míchá přes noc při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu odpaří. Získá se tak neprůhledný olej. Olej se rozpustí v éteru, promyje se vodou, vysuší se nad síranem hořečnatým a odpaří se. Získá se sklovitá látka, která se krystaluje z hexanu. Vyrobí se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/N-piperidylamino/fosfonometyl)glycinu, t. t. 106 až 108 °C.

Analýza:

vypočteno: 44,64 % C, 6,83 % H, 6,77 % P;
nalezeno: 44,63 % C, 6,73 % H, 6,78 % P.

P ř í k l a d 5

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) v 50 ml tetrahydrofuranu se přidá N-aminomorfolin (4,3 g, 0,042 molu) ve 20 ml tetrahydrofuranu. Reakční směs se nechá stát za teploty místnosti přes noc, potom se zfiltruje a ve vakuu se odpaří. Zbytek se promyje vodou. Získá se 0,4 g materiálu, který se rozpustí v chloroformu. K roztoku se přidá petroléter. Vyrobí se krystaly etylesteru N-trifluoracetyl-N-(bis/N-morfolinamino/fosfonometyl)glycinu, t. t. 69 až 74 °C.

Analýza:

vypočteno: 15,18 % N, 6,71 % P;
nalezeno: 14,97 % N, 6,73 % P.

P ř í k l a d 6

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) ve 25 ml tetrahydrofuranu se přidá dialylamin (4,07 g, 0,042 molu) v 50 ml tetrahydrofuranu. Směs se míchá přes noc při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu odpaří. Odparek se rozpustí v éteru, promyje se vodou, 10% kyselinou chlorovodíkovou, vysuší se nad bezvodým síranem hořečnatým a ve vakuu se odpaří. Odparek se extrahuje petroléterem a extrakt se odpaří. Vyrobit se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/dialylamino/fosfonometyl)glycinu ve formě světlého žlutého oleje, $N_D = 1,4536$.

Analýza:

vypočteno: 50,55 % C, 6,48 % H, 9,31 % N, 6,86 % P;
nalezeno: 50,30 % C, 6,60 % H, 9,04 % N, 7,08 % P.

P ř í k l a d 7

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) v 50 ml éteru se přidá dimethylamin (2,03 g, 0,045 molu) v 50 ml éteru. Reakční směs se míchá přes noc za teploty místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu odpaří. Odparek se extrahuje petroléterem a extrakt se odpaří. Odparek se rozpustí v éteru, promyje se 3% hydroxidem amonným, vysuší se nad síranem hořečnatým a ve vakuu se odpaří. Vyrobit se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/dimethylamino/fosfonometyl)glycinu, $N_D = 1,5583$.

Analýza:

vypočteno: 38,04 % C, 6,10 % H, 12,10 % N, 8,92 % P;
nalezeno: 38,06 % C, 6,18 % H, 11,94 % N, 8,79 % P.

P ř í k l a d 8

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (6,6 g, 0,02 molu) ve 200 ml éteru se po kapkách za intenzivního míchání přidá isopropylamin (4,9 g, 0,08 molu) v 70 ml éteru. Reakční teplota se reguluje studenou vodní lázní. Reakční směs se míchá přes noc při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se odpaří ve vakuu. Odparek se rozpustí v éteru, promyje se vodou, vysuší a ve vakuu se odpaří. Odparek se extrahuje horkým petroléterem a extrakt se opět odpaří. Vyrobit se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/isopropylamino/fosfonometyl)glycinu ve formě světlé žluté olejovité gumy, $N_D = 1,4495$.

Analýza:

vypočteno: 41,60 % C, 6,71 % H, 11,20 % N, 8,25 % P;
nalezeno: 41,50 % C, 6,86 % H, 11,08 % N, 8,09 % P.

P ř í k l a d 9

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (8,25 g, 0,025 molu) ve 200 ml éteru se po kapkách za míchání přidá etylamin (4,51 g, 0,10 molu) v 50 ml éteru. Reakční směs se míchá několik hodin při teplotě místnosti, potom se reakční směs zfiltruje a filtrát se ve vakuu odpaří. Odparek se rozpustí v éteru, promyje se vodou, vysuší se nad síranem hořečnatým a ve vakuu se odpaří. Vyrobí se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/etylaminofosfonometyl)glycinu (4,45 g), $N_D = 1,4350$.

Analýza:

vypočteno: 38,04 % C, 6,10 % H, 12,10 % N, 8,92 % P;
nalezeno: 37,99 % C, 6,10 % H, 11,93 % N, 8,84 % P.

P ř í k l a d 10

K roztoku etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (6,6 g, 0,02 molu) ve 200 ml éteru se přidá propylamin (4,7 g, 0,08 molu) v 50 ml éteru. Reakční směs se míchá několik hodin za teploty místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Odparek se rozpustí ve 100 ml éteru, promyje se vodou, vysuší se nad síranem hořečnatým a odpaří ve vakuu. Vyrobí se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/propylaminofosfonometyl)glycinu (5,1 g), $N_D = 1,4546$.

Analýza:

vypočteno: 41,60 % C, 6,71 % H, 11,20 % N, 8,25 % P;
nalezeno: 41,71 % C, 7,02 % H, 10,98 % N, 8,42 % P.

P ř í k l a d 11

K roztoku butylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (7,2 g, 0,022 molu) ve 200 ml éteru se po kapkách za intenzivního míchání přidá roztok alylaminu (5,02 g, 0,088 molu) v éteru (50 ml). Reakční směs se míchá přes noc při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu odpaří. Odparek se rozpustí v éteru, promyje se vodou, vysuší se síranem hořečnatým a ve vakuu se odpaří. Vyrobí se butylester N-trifluoracetyl-N-(bis/alylaminofosfonometyl)glycinu (6,8 g), $N_D = 1,4624$.

Analýza:

vypočteno: 44,12 % C, 6,42 % H, 10,29 % N, 7,58 % P;
nalezeno: 44,00 % C, 6,32 % H, 9,87 % N, 7,61 % P.

P ř í k l a d 12

K roztoku butylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (8,23 g, 0,023 molu) v éteru se po kapkách za intenzivního míchání přidá roztok propargylaminu (2,35 g, 0,046 molu) a triethylaminu (4,65 g, 0,046 molu) v éteru. Reakční směs se nechá stát přes noc při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Odparek se rozpustí v éteru, promyje se vodou, vysuší se síranem hořečnatým a odpaří se ve vakuu. Vyrobí se butylester N-trifluoracetyl-N-(bis/2-propargyl-amino/fosfonometyl)glycinu, $N_D = 1,4791$.

Analýza:

vypočteno: 45,57 % C, 5,35 % H, 10,63 % N, 7,84 % P;
 nalezeno: 45,67 % C, 5,30 % H, 10,34 % N, 7,99 % P.

P ř í k l a d 13

K roztoku 2-chloretylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (8,2 g, 0,0225 molu) ve 200 ml éteru se přidá za intenzivního míchání roztok dipropargylaminu (4,2 g, 0,045 molu) a triethylaminu (4,55 g, 0,045 molu) v 50 ml éteru. Reakční směs se míchá přes noc za teploty místnosti, potom se reakční směs zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Odparek se chromatografuje na silikagelu. Vyrobit se 2-chloretylester N-trifluoracetyl-N-(bis/dipropargylamino/fosfonometyl)glycinu (0,5 g), $N_D = 1,4899$.

Analýza:

vypočteno: 47,76 % C, 4,22 % H, 8,79 % N;
 nalezeno: 47,67 % C, 4,33 % H, 8,42 % N.

P ř í k l a d 14

K roztoku 2-metoxyetylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (7,45 g, 0,0207 molu) ve 125 ml éteru se po kapkách za intenzivního míchání přidá butylamin (6,05 g, 0,083 molu) ve 40 ml éteru. Reakční směs se míchá přes noc při teplotě místnosti. Potom se reakční směs zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Odparek se rozpustí v čerstvém éteru, promyje se vodou, vysuší se nad síranem hořečnatým a ve vakuu se oddestiluje. Vyrobit se tak 2-metoxyetylester N-trifluoracetyl-N-(bis/butylamino/fosfonometyl)glycinu (4,0 g), $N_D = 1,4572$.

Analýza:

vypočteno: 44,34 % C, 7,21 % H, 7,15 % N;
 nalezeno: 44,33 % C, 7,05 % H, 7,10 % N.

P ř í k l a d 15

K roztoku decylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (6,63 g, 0,015 molu) ve 200 ml éteru se přidá za intenzivního míchání roztok cyklohexylaminu (5,95 g, 0,06 molu) v 50 ml éteru. Reakční směs se nechá stát přes noc za teploty místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Odparek se rozpustí v čerstvém éteru, promyje se vodou, vysuší se nad síranem hořečnatým a oddestiluje se ve vakuu. Odparek se chromatografuje na suchém sloupci, eluce etylacetátem. Vyrobit se decylester N-trifluoracetyl-N-(bis/cyklohexylamino/fosfonometyl)glycinu, t. t. 79,5 až 82,5 °C.

Analýza:

vypočteno: 56,24 % C, 8,74 % H, 7,29 % N;
 nalezeno: 56,31 % C, 8,82 % H, 7,07 % N.

P ř í k l a d 16

K roztoku fenylylhydrazinu (4,5 g, 0,0423 molu) ve 40 ml éteru se po kapkách za intenzivního míchání přidá etylester N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) v éteru. Reakční směs se míchá dvě hodiny při teplotě místnosti, potom se reakční směs zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Získá se gumovitá pevná látka. Tato látka se zpracuje s petroléterem a éterem. Látka, která je v éteru nerozpustná, se promyje vodou. Vyrobit se tak etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/fenylylhydrazino/fosfonometyl)glycinu (0,6 g), t. t. 113 až 116 °C (sklovitá látka), 143 až 145 °C za rozkladu.

Analýza:

vypočteno: 48,21 % C, 4,90 % H, 14,79 % N;
nalezeno: 48,37 % C, 4,93 % H, 14,92 % N.

P ř í k l a d 17

K roztoku dimetylylhydrazinu (5,04 g, 0,084 molu) v 75 ml éteru se po kapkách za intenzivního míchání přidá roztok etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (6,93 g, 0,021 molu) ve 120 ml éteru. Reakční směs se míchá přes noc při teplotě místnosti, potom se zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. 6,4 g olejovitého sklovitého odparku se rozpustí v čerstvém éteru. Roztok se promyje zředěným hydroxidem amonným (potom se zředěné extrakty hydroxidu amonného třikrát extrahují éterem, éterické vrstvy se vysuší nad síranem hořečnatým, po oddestilování rozpouštědla se získá 2,66 g pevné látky). Pevná látka se rekrystaluje z hexanu. Vyrobit se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/2,2-dimetylylhydrazino/fosfonometyl)glycinu, t. t. 84,5 až 87,5 °C.

Analýza:

vypočteno: 35,02 % C, 6,14 % H, 18,56 % N, 8,21 % P;
nalezeno: 35,13 % C, 6,27 % H, 18,49 % N, 8,15 % P.

P ř í k l a d 18

K roztoku pentafluorfenylhydrazinu (3,96 g, 0,02 molu) ve 40 ml tetrahydrofuranu se při 0 °C během 1/2 hodiny přidá roztok etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (1,65 g, 0,005 molu) ve 40 ml tetrahydrofuranu. Reakční směs se nechá ohřát na teplotu místnosti, 2 hodiny se míchá a potom se zfiltruje. Filtrát se promyje vodou, vysuší a ve vakuu se oddestiluje, čímž se získá tmavá červeno hnědá pevná látka. Tato látka se několikrát promyje 70% éterem v petroléteru. Vyrobit se etylester N-trifluoracetyl-N-(bis/pentafluorfenylhydrazino/fosfonometyl)glycinu, t. t. 100 až 110 °C.

Analýza:

vypočteno: 34,93 % C, 2,01 % H, 10,72 % N;
nalezeno: 34,88 % C, 2,02 % H, 10,63 % N.

P ř í k l a d 19

K roztoku hydrochloridu p-metoxyfenylhydrazinu (3,5 g, 0,02 molu) a triethylaminu (4,04 g, 0,04 molu) v éteru se přidá roztok etylesteru N-trifluoracetyl-N-(dichlorfosfonometyl)glycinu (3,3 g, 0,01 molu) v éteru. Směs se spolu smíchává pomalu a za dobrého míchání. Reakční směs se nechá stát přes noc za teploty místnosti, pak se zfiltruje a filtrát se ve vakuu oddestiluje. Odparek se vytřepe do éteru, extrakt se promyje jednou vodou, vy-

suší se nad síranem hořečnatým a ve vakuu se oddestiluje. Vyrobit se etylester N-trifluor-acetyl-N-(bis/p-metoxifynylhydrazino/fosfonometyl)glycinu ve formě sklovité látky.

Analýza:

vypočteno: 47,28 % C, 5,10 % H, 13,13 % N, 5,81 % P;
nalezeno: 46,45 % C, 4,70 % H, 10,89 % N, 5,77 % P.

P ř í k l a d 20

Postemergentní herbicidní účinnost různých sloučenin podle tohoto vynálezu je demonstrována testováním ve skleníku následujícím způsobem. Do hliníkových misek, které mají zespodu otvory, se umístí dobrá ornice a stlačí se tak, aby byla 0,95 až 1,27 cm od vrchního okraje misky. Na půdu se umístí předem stanovený počet semen od každého druhu dvouděložných a jednoděložných jednoletých rostlin a/nebo vegetativních řízků víceletých rostlin, načež se vtlačí do půdy. Semena a/nebo vegetativní řízky se pokryjí půdou a půda se urovná. Misky se pak umístí do pískového záhonu ve skleníku a zalévají se zespodu podle potřeby. Když rostlinky dosáhnou žádaného stáří (dva až tři týdny), všechny misky, vyjma misky kontrolní, se jednotlivě přenesou do rozprašovací komory a popráší se rozprašovačem za tlaku přibližně 0,146 MPa. Rozprašovač obsahuje 6 ml roztoku nebo suspenze chemikálie a tolik cyklohexanové směsi emulgačního činidla, aby rozprašovací roztok nebo suspenze obsahovaly asi 0,4 hmotnostního procenta emulgačního činidla.

Rozprašovaný roztok nebo suspenze obsahuje dostatečné množství příslušné chemikálie tak, aby to odpovídalo aplikačním dávkám, které jsou uvedeny v tabulkách. Rozprašovací roztok se vyrábí tak, aby obsahoval 1 hmotnostní procento zásobního roztoku nebo suspenze příslušné chemikálie v organickém rozpouštědle, jakým je aceton, tetrahydrofuran nebo ve vodě. Používané emulgační činidlo je směs, která se skládá z 35 hmotnostních procent butylamin-dodecylbenzylsulfonátu a 65 hmotnostních procent etylénoxidového kondenzátu s tallovým olejem, který obsahuje asi 11 molů etylénoxidu na mol tallového oleje. Misky se pak vrátí do skleníku a zalévají se jako před zpracováním. Po dvou a čtyřech týdnech, jak udávají tabulky ve sloupci, který je označen jako WAT, se poškozené rostlinky srovnají s kontrolními a výsledky se zaznamenají. V některých případech se hodnocení po čtyřech týdnech vynechává.

Index postemergentní herbicidní účinnosti, jak je používán v tabulce 1, znamená následující:

odpověď rostlin	index
0 až 24 % regulováno	0
25 až 49 % regulováno	1
50 až 74 % regulováno	2
75 až 99 % regulováno	3
100 % regulováno	4

Vzorky rostlin, které se používají v těchto testech, jsou značeny písmeny v soulase s následující legendou:

A - pcháč rolní ⁺	K - kuří noha (ježatka)
B - řepa	L - sójový bob
C - podslunečník	M - cukrovka
D - povijnice	N - pšenice
E - merlík bílý	O - rýže

F - rdesno peprník
 G - šáchor[†])
 H - pýr plazivý[†])
 I - círok halepský[†])
 J - sveržep pýřitý

P - círok
 Q - pohanka
 R - sesbania (Hemp Sesbania)
 S - proso
 T - rosička

[†]) vypěstovány z vegetativních řízků

Tabulka 1

sloučenina z příkladu č.	WAT	kg/ha	druh rostliny										
			A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1 ^{††})	4	11,2	2	3	2	2	3	2	3	1	3	1	3
1 ^{††})	4	5,6	2	2	2	2	4	3	2	1	2	1	3
2	4	11,2	2	2	1	3	4	0	3	2	3	3	3
2	4	5,6	2	2	1	2	2	0	2	1	1	2	3
3	4	11,2	1	1	1	2	4	2	1	1	1	1	2
3	4	5,6	0	1	1	2	3	2	1	1	1	1	2
4	4	11,2	3	3	3	3	4	3	2	3	2	2	4
4	4	5,6	2	4	3	2	4	3	1	1	1	1	3
5	4	11,2	2	3	1	1	3	3	2	2	2	2	3
5	4	5,6	1	3	1	1	3	2	1	2	2	2	3
6	4	11,2	3	3	1	3	4	1	1	4	3	2	3
6	4	5,6	2	2	1	1	2	1	1	2	1	1	2
7	4	11,2	3	2	1	2	3	2	2	2	2	1	2
7	4	5,6	2	2	1	1	3	1	1	1	1	1	1
8	4	11,2	1	3	2	2	3	2	2	2	2	2	2
8	4	5,6	1	2	2	1	3	1	1	1	1	1	2
9	4	11,2	3	3	3	3	4	4	2	3	2	3	4
9	4	5,6	2	3	2	3	4	3	2	2	2	2	3
10	4	11,2	0	1	1	2	3	0	0	0	1	0	3
10	4	5,6	0	1	2	2	2	1	0	0	0	0	3
11	4	11,2	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	1
12	4	11,2	1	1	1	1	2	0	1	0	1	0	2
13	4	11,2	1	1	1	1	2	0	1	0	1	0	2
14	2	11,2	0	0	1	1	-	2	0	1	0	0	1
15	2	56	0	0	0	1	2	0	0	0	0	0	1
16	4	11,2	2	3	1	2	1	1	2	3	4	3	3
16	4	5,6	2	4	3	3	2	3	2	2	4	2	3
17	4	11,2	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
17	4	5,6	3	3	4	4	4	4	3	4	4	3	4
18	4	11,2	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	1
18	4	5,6	1	1	0	1	0	0	0	0	0	0	1
19	4	11,2	3	2	1	1	1	1	2	1	2	2	2
19	4	5,6	4	1	1	1	1	2	2	1	2	1	2

^{††}) formulováno bezprostředně před rozprášením

T a b u l k a 2

sloučenina z příkladu č.	WAT	kg/ha	druh rostliny															
			L	M	N	O	P	B	Q	D	R	E	F	C	J	S	K	T
1 ⁺⁺)	4	1,12	0	1	1	0	1	1	0	2	0	0	0	1	0	2	2	2
2	4	5,6	2	1	2	1	3	2	1	2	1	3	2	1	3	2	2	3
2	2	1,12	1	0	1	0	1	2	1	1	1	0	0	0	1	0	0	2
2	2	0,28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2
4	4	5,6	3	3	2	4	3	3	2	2	2	4	3	3	2	3	3	3
4	4	1,12	2	1	1	1	2	2	1	2	1	3	2	1	1	2	3	3
4	4	0,28	1	0	0	0	1	1	1	1	0	0	0	0	0	1	2	2
5	4	5,6	3	3	4	3	3	3	1	2	2	3	3	2	3	4	3	4
6	4	5,6	2	2	2	1	3	3	2	2	2	3	3	2	2	4	3	4
6	4	1,12	1	2	1	1	1	2	1	2	2	2	2	1	0	2	2	3
6	4	0,28	1	1	0	0	1	1	1	1	0	2	1	1	0	2	2	2
7	4	5,6	2	2	2	1	3	3	1	2	2	3	3	2	2	3	3	3
7	4	1,12	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2
8	4	5,6	2	3	3	2	3	4	4	2	2	4	4	3	3	4	3	4
8	4	1,12	1	1	1	1	2	1	1	1	1	3	1	1	1	2	2	3
9	4	5,6	2	4	3	3	3	2	2	3	3	3	3	4	3	4	4	4
9	4	1,12	1	1	1	1	1	2	1	2	-	2	2	1	1	3	3	3
10	4	5,6	1	0	0	0	3	2	0	2	1	1	0	0	1	3	0	1
10	2	1,12	0	0	0	0	1	1	0	0	0	1	0	0	1	0	0	0
16	4	5,6	3	4	4	4	4	4	2	3	2	4	4	3	3	4	4	4
16	4	1,12	1	1	3	2	4	3	1	2	1	2	2	3	3	4	4	4
16	4	0,28	0	0	2	0	2	1	0	2	0	1	1	2	1	2	2	2
17	4	5,6	3	4	4	4	4	4	3	3	3	4	3	4	4	4	4	4
17	4	1,12	1	3	4	4	3	3	1	2	1	2	2	3	4	4	3	4
17	4	0,28	0	0	1	1	2	2	0	2	0	0	0	1	3	4	2	3

++) formulováno bezprostředně před rozprášením

P ř í k l a d 21

Preemergentní herbicidní účinnost různých sloučenin podle tohoto vynálezu je demonstrována následujícím způsobem. Hliníková miska se naplní dobrou ornici. Půda se upraví tak, aby její povrch byl 0,95 až 1,27 cm od vršku misky. Na půdu se do každé misky umístí předem stanovené množství semen nebo vegetativních řízků od každého z několika vzorků rostlin, načež se vtlačí do půdy. Herbicidní prostředek, který se vyrobí stejným způsobem, jako je popsáno v předcházejícím příkladu, se aplikuje tak, že se rozmíchá s vrchní vrstvou půdy.

Podle tohoto způsobu se půda, která je nutná na pokrytí semen a řízků, odváží. Pak se smíchá s herbicidním prostředkem, který obsahuje známé množství účinné složky (sloučeniny podle vynálezu). Misky se pak naplní směsí a urovňají. Zalévání se provádí tak, že se vlhkost nechá adsorbovat spodem misky, kde jsou otvory. Misky, které obsahují semena a řízky, se umístí do vlhkého pískového záhonu. Po dobu přibližně dvou týdnů se udržují za obvyklých podmínek - co se týká slunečního světla a zalévání. Na konci této doby se zaznamená počet vzklíčených rostlinek každého druhu a výsledky se srovnají s nezpracovanou kontrolou. Data jsou udána v následující tabulce.

Index preemergentní herbicidní účinnosti, jak je použit níže, je vztažen na průměrná procenta regulace každého druhu následovně:

procenta regulace	index
0 až 24 % regulace	0
25 až 49 % regulace	1
50 až 74 % regulace	2
75 až 100 % regulace	3

Pro identifikaci druhů rostlin je použit stejný abecední kód jako v předcházejícím příkladu.

Tabulka 3

sloučenina z příkladu č.	WAT	kg/ha	druh rostliny										
			A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	2	11,2	3	0	0	0	1	0	1	1	1	0	0
2	2	11,2	1	3	0	0	2	0	0	0	0	0	0
3	2	11,2	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
4	2	11,2	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
5	2	11,2	2	0	0	0	2	0	1	3	0	0	0
6	2	11,2	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
7	2	11,2	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
8	2	11,2	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0
9	2	11,2	3	3	0	0	1	1	0	1	1	0	0
12	2	11,2	0	0	0	0	2	1	0	3	0	1	3
14	2	11,2	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
16	2	11,2	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
17	2	11,2	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
18	2	11,2	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
19	2	11,2	1	0	0	0	0	0	1	2	1	0	0

Z výsledků testů uvedených v tabulkách 1 a 2 lze vidět, že postemergentní herbicidní účinnost sloučenin podle tohoto vynálezu je z větší části obecná. V jistých specifických případech však lze demonstrovat jistou selektivitu. Z tohoto pohledu je si nutno uvědomit, že každý individuální druh vybraný pro shora uvedené testy je reprezentativním členem uvažované třídy druhu rostlin.

Z tabulky 3 lze vidět, že u preemergentní herbicidní účinnosti existuje jistá selektivita.

Herbicidní prostředky podle tohoto vynálezu, včetně koncentrátů vyžadujících zředění před aplikací na rostliny, obsahují od 5 do 95 hmotnostních dílů alespoň jedné sloučeniny podle tohoto vynálezu a od 5 do 95 hmotnostních dílů pomocného činidla (adjuvantu) v kapalném nebo pevné formě, například od 0,25 do 25 hmotnostních dílů smáčecího činidla, od 0,25 do 25 hmotnostních dílů dispergačního činidla a od 4,5 do 94,5 hmotnostních dílů inertního kapalného plnidla, např. vody, acetonu nebo tetrahydrofuranu. Všechny díly jsou díly hmotnostní z celkového prostředku. Prostředky podle tohoto vynálezu obsahují s výhodou od 5 do 75 hmotnostních dílů alespoň jedné sloučeniny podle tohoto vynálezu spolu s pomocnými činidly. Kde je to žádáno, může být od 0,1 do 2,0 hmotnostních dílů inertního kapalného plnidla nahrazeno inhibátorem koroze nebo protipěnovým činidlem nebo obojím. Prostředky se vyrábějí smícháním aktivní složky s pomocným činidlem, kam patří ředidla, plniče, nosiče a doplňková činidla, čímž se získají prostředky ve formě jemně práškových pevných

částic, tablet, roztoků, disperzí nebo emulzí. Aktivní složka se tudíž může používat s pomocným činidlem, jako je jemně práškováná pevná látka, kapalina organického původu, voda, smáčecí činidlo, dispergační činidlo, emulgační činidlo nebo jakákoliv jejich vhodná kombinace.

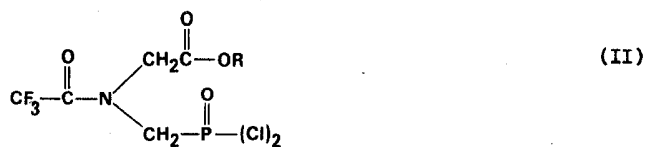
Herbicidní prostředky podle tohoto vynálezu, zvláště kapaliny a rozpustné prášky, s výhodou obsahují jako doplňkové činidlo jedno nebo více povrchově aktivních činidel v množstvích dostatečných k tomu, aby se daný prostředek snadno dispergoval ve vodě nebo v oleji. Zahnutí povrchově aktivního činidla do prostředků velice zvyšuje jejich účinnost. Pod termínem "povrchově aktivní činidlo" se zde rozumí smáčecí činidla, dispergační činidla, suspenzační činidla a emulgační činidla. Stejně vhodně lze použít aniontová, kationtová a neiontová činidla.

Výhodnými smáčecími činidly jsou alkybenzen- a alkylnaftalensulfonáty, sulfonované mastné alkoholy, aminy nebo amidy kyselin, estery isothionátu sodného s kyselinami s dlouhým řetězcem, estery sodné soli sulfosukcinátu, estery ropného sulfonátu se sulfatovanými nebo sulfonovanými mastnými kyselinami, sulfonované rostlinné oleje, polyoxyetylenové deriváty fenolů a alkyfenolů (zvláště isooktylfenolu a nonylfenolu) a polyoxyetylenové deriváty esterů monosytných vyšších mastných kyselin a anhydridu hexitolu (např. sorbitu). Výhodnými dispergačními činidly jsou metylcelulóza, polyvinylalkohol, sodná sůl ligninu, sulfonáty, polymerní alkylnaftalensulfonáty, sodná sůl naftalensulfonátu, polymetylénbis-naftalensulfonát a sodná sůl N-metyl-N-(zbytek kyseliny s dlouhým řetězcem)taurátů.

V praxi podle tohoto vynálezu se efektivní množství sloučenin nebo prostředků podle tohoto vynálezu aplikuje na rostliny nebo půdu s rostlinami nebo se zahrne do vodního média v jakékoliv vhodné formě. Aplikace kapalných a pevných prostředků na rostliny nebo na půdu se provádí konvečními metodami, např. mechanickými rozprašovači, rámovými postřikovači, ručními postřikovači a rozprašovacími poprašovači. Prostředky se mohou aplikovat také z letadel ve formě prachů nebo postřiků, protože jsou účinné při nízkém dávkování. Aplikace herbicidních prostředků na vodní rostliny se obvykle provádí přidáním prostředků do vodného média na ploše, kde je požadována regulace vodních rostlin.

Aplikace účinného množství sloučenin nebo prostředků podle tohoto vynálezu na rostliny je podstatná a kritická v praxi tohoto vynálezu. Přesné množství účinné složky, které se používá, závisí na žádané odpovědi rostliny a také na takových faktorech, jako jsou druh rostlin, stupeň vývoje rostlin, množství srážek a na druhu použitého glycinu. Při použití na listy pro regulaci vegetativního růstu se aplikují účinné složky v množstvích asi od 0,112 do 22,4 nebo více kilogramů na hektar. Při preemergentních zpracováních může být aplikační dávka asi od 0,56 do 22,4 nebo více kilogramů na hektar. Při aplikacích pro regulaci vodních rostlin se aplikují účinné složky v množstvích od 0,01 dílu na milión asi do 1 000 dílů na milión, vztaženo na vodné prostředí. Efektivní množství pro fytotoxickou nebo herbicidní regulaci je takové množství, které je nutné pro celkovou selektivní regulaci, tj. fytotoxické nebo herbicidní množství. Lze věřit, že odborník může snadno stanovit aplikační dávku na základě této specifikace a příkladů.

Ačkoliv je tento vynález popsán vzhledem ke specifickým modifikacím, jejich detaily nejsou konstruovány jako jeho omezení, neboť je zřejmé, že se lze uchýlit k různým ekvivalentům, změnám a modifikacím, aniž je opuštěn duch a rozsah vynálezu. Tomu je nutno rozumět tak, že taková uspořádání jsou považována za zahrnutá ve vynálezu.



v němž R má význam jako v bodě 1, zpracuje s aminem nebo hydrazinem sloučeniny obecného vzorce



v němž R' a Z mají tentýž význam jako v bodě 1, v organickém rozpouštědle a za přítomnosti aminu jako akceptoru chlorovodíku za v podstatě bezvodých podmínek při teplotě 10 až 50 °C, s výhodou při teplotě místnosti.