

ČESkoslovenská
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

240979

(11) (12)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 35/06

/22/ Přihlášeno 21 10 83
/21/ PV 7736-83
/32/ /31//33/ Právo přednosti od 22 10 82
/P 32 39 071.8/ Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 13 06 85
(45) Vydané 14 08 87

KEIL MICHAEL dr., FREINSHEIM; BECKER RAINER dr., BAD DUERKHEIM;
(72) Autor vynálezu GOETZ NORBERT dr., WORMS; JAHN DIETER dr., EDINGEN-NECKARHAUSEN;
SPIEGLER WOLFGANG dr., WORMS; WUERZER BRUNO dr., OTTERSTADT /NSR/
(73) Majitel patentu BASF Aktiengesellschaft, LUDWIGSHAFEN /NSR/

(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinných láték

1

Vynález popisuje herbicidní prostředky obsahující jako účinné látky nové deriváty cyklohexan-1,3-dionu, a způsob výroby těchto sloučenin.

Je již známo používání herbicidních prostředků s obsahem derivátů cyklohexan-1,3-dionu k selektivnímu hubení nežádoucích travnatých plevelů v kulturách širokolistých rostlin /viz DE-OS 24 39 104/.

Nyní bylo zjištěno, že herbicidní prostředky obsahující jako účinné látky deriváty cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce I



ve kterém

R¹ představuje popřípadě alkylovými skupinami s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxyskupinami s 1 až 3 atomy uhlíku nebo atomy halogenů substituovaný benzofurylový, benzothienylový, chinolylový, chromanylový, 2H-chromanylový, benzo-1,3-dioxolyllový, 2,3-dihydrobenzo[b]furylový, naftylový, tetrahydronaftylový, indanylový, 4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyranylový, 3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyranylový nebo hexahydrochromanylový zbytek,

R₂ znamená atom vodíku, methoxykarbonylovou skupinu, ethoxykarbonylovou skupinu, methylovou skupinu nebo kyanoskupinu,

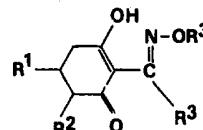
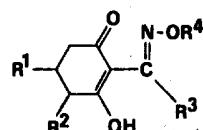
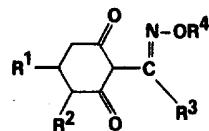
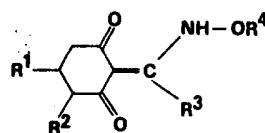
R^3 představuje alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a

R^4 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku, halogenalkylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku, a 1 až 3 atomy halogenů nebo propargylovou skupinu,

nebo soli těchto sloučenin, jsou herbicidně účinné proti travám, přičemž jsou snášeny jak širokolistými kulturními rostlinami tak i jednoděložnými kulturními rostlinami nepočítajícími se k travám /Graminae/.

Shora zmíněné herbicidní prostředky překvapivě bud vůbec nepoškozují obiloviny nebo je poškozují jen v malé míře.

Sloučeniny shora uvedeného obecného vzorce I se mohou vyskytovat v několika různých isomerních a tautomerních formách, které vesměs spadají do rozsahu vynálezu a jež lze znázornit následujícími obecnými vzorcí



Jako příklady shora uvedeným způsobem substituovaných zbytků ve významu symbolu R^1 se uvádějí zbytek 3-methyl-2-benzo[b]furylový, 2-ethyl-3-benzo[b]furylový, 3-chlor-2-benzo[b]thienylový, 3,6-dichlor-2-benzo[b]thienylový, 2-methoxy-3-chinolylový, 2,6-dimethoxy-3-chinolylový, 2-chlor-6-methoxy-3-chinolylový, 3,7-dichlor-8-chinolylový, 2-methyl-3-chromanylový, 2,2-dimethyl-3-chromanylový, 2-methyl-2H-chromen-3-ylový, 2,2-dimethyl-2H-chromen-3-ylový, 6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydro-1-naftylový, 6-methoxy-1,2,3,4-tetrahydro-2-naftylový nebo 2,2 dimethyl-cis-oktahydro-4-benzo[b]furylový.

Jako alkylové skupiny s 1 až 4 atomy uhlíku ve významu symbolu R^3 se uvádějí skupina methylová, ethylová, n-propyllová, isopropyllová, n-butylová, sek. butylová, isobutylová a terc.-butylová.

Jako příklady zbytků ve významu symbolu R^4 lze uvést skupinu propargylovou, methylovou, ethylovou, n-propyllovou, isopropyllovou, allylovou, 1-chlorprop-1-en-3-ylovou, 2-chlorprop-1-en-3-ylovou, 1,3-dichlorprop-1-en-3-ylovou, 1,1 2-trichlorprop-1-en-3-ylovou nebo 1,2-dibromprop-1-en-3-ylovou /cis/trans/.

Jako soli sloučenin obecného vzorce I přicházejí v úvahu například soli s alkalickými kovy, zejména soli draselné nebo sodné, soli s kovy alkalických zemin, zejména soli vápenaté a hořčnaté nebo barnaté, soli manganu, mědi, zinku nebo železa, jakož i tetraalkylamoniové soli, například soli tetraethylamoniové, tetramethylamoniové, tetrabutylamoniové, dále soli trialkylsulfoniové, jakož i trialkylsulfoxoniové, jako například trimethylsulfoniové a trimethylsulfoxoniové soli.

Výhodné jsou ty sloučeniny obecného vzorce I, v němž R¹ představuje popřípadě alkylovými skupinami s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxyksupinami s 1 až 3 atomy uhlíku nebo atomy halogenů substituovaný kondenzovaný kruh vybraný ze skupiny zahrnující benzo[b]thienyllový, benzo-1,3-dioxolyllový, chinolyllový, tetrahydronaftalový, 4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyran-4,3-b]pyranylový a 3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyran-4,3-b]pyranylový zbytek, jako například zbytek 3-benzo[b]thienyllový, benzo-1,3-dioxol-5-ylový, 3-chinolyllový, 8-chinolyllový, 1,2,3,4-tetrahydro-2-naftylový, 4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyran-3-ylový a 3,4,4a,7,8,-8a-hexahydro-2H,5H-pyran-3-ylový.

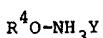
V souladu s vynálezem je možno sloučeniny shora uvedeného obecného vzorce I získat reakcí 2-alkanoylcyklohexan-1,3-dionů obecného vzorce II



ve kterém

R¹, R² a R³ mají shora uvedený význam,

s deriváty hydroxylaminu obecného vzorce



ve kterém

R⁴ má shora uvedený význam a

Y představuje aniont.

Tato reakce se účelně provádí v heterogenní fázi v inertním ředitidle, při teplotě mezi 0 a 80 °C nebo mezi 0 °C a teplotou varu reakční směsi, v přítomnosti báze. Vhodnými bázemi jsou například uhličitany, hydrogenuhličitany, acetáty, alkoxidy, hydroxidy nebo oxidy alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin, zejména sodíku, drasíku, hořčíku, vápníku. Kromě toho je možno používat i organické báze, jako pyridin nebo terciární aminy.

Reakce zvlášť dobře probíhá při pH v rozmezí od 2 do 9, zejména od 4,5 do 5,5. Úprava hodnoty pH se účelně provádí přidáním acetátů, například acetátů alkalických kovů, zejména octanu sodného nebo draselného, nebo směsi obou těchto solí. Acetáty alkalických kovů se přidávají například v množstvích od 0,5 do 2 mol, vztaženo na amoniovou sloučeninu obecného vzorce R⁴O-NH₃Y.

Jako vhodná rozpouštědla lze uvést například dimethylsulfoxid, alkoholy, jako methanol, ethanol a isopropanol, benzen, popřípadě chlorované uhlovodíky, jako chloroform a dichlorethan, hexan, cyklohexan, estery, jako ethylacetát, ethery, jako dioxan a tetrahydrofuran.

Reakce je ukončena po několika málo hodinách a reakční produkt lze pak izolovat odpařením

reakční směsi, přidáním vody, extrakcí nepolárním rozpouštědlem, jako methylenchloridem, a oddestilováním rozpouštědla za sníženého tlaku.

Sloučeniny obecného vzorce I lze mimoto získat reakcí sloučenin obecného vzorce II s hydroxylaminy obecného vzorce



ve kterém

R^4 má shora uvedený význam,

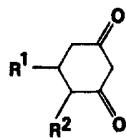
v inertních ředidlech při teplotě mezi 0 °C a teplotou varu reakční směsi, zejména při teplotě mezi 15 a 70 °C. Hydroxylamin je popřípadě možno k reakci nasazovat ve formě vodného roztoku.

Vhodnými rozpouštědly pro tuto reakci jsou například alkoholy, jako methanol, ethanol a isopropanol, jakož i cyklohexanol, popřípadě chlorované uhlovodíky, jako hexan, cyklohexan, methylenchlorid, toluen a dichlorethan, estery, jako ethylacetát, nitrily, jako acetonitril a cyklické ethery, jako tetrahydrofuran.

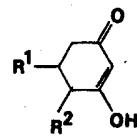
Soli sloučenin obecného vzorce I s alkalickými kovy je možno získat reakcí těchto sloučenin s hydroxidem sodným nebo draselným ve vodném roztoku nebo v organickém rozpouštědle, jako v methanolu, ethanolu či acetonu. Jako báze mohou sloužit i alkoxid sodný a draselný.

Soli jiných kovů, například mangantu, mědi, zinku, železa, vápníku, hořčíku a barya je možno získat ze sodných solí reakcí s příslušnými chloridy kovů ve vodném roztoku. Tetraalkylamoniové soli sloučenin obecného vzorce I lze připravit reakcí těchto sloučenin s tetraalkylamoniumhydroxidy, zatímco trialkylsulfoniové, popřípadě trialkylsulfoxoniové soli lze připravit reakcí sodné soli s trialkylsulfoniumjodidem, popřípadě trialkylsulfoxoniumjodidem.

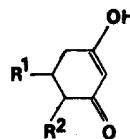
Sloučeniny obecného vzorce II jsou nové. Tyto látky je možno připravit metodami známými z literatury [Tetrahedron Letters, 29, 2491 /1975/] z cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce III, které se mohou vyskytovat i v tautomerních formách odpovídajících obecným vzorcům IIIa a IIIb



/III/

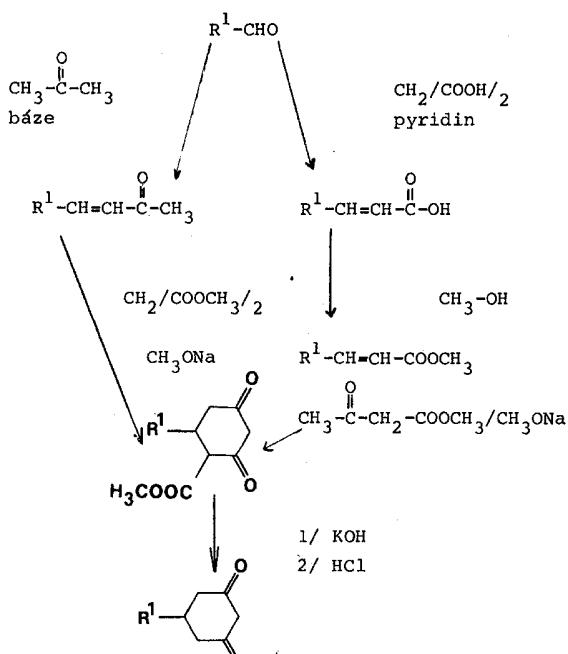


/IIIa/



/IIIb/

Sloučeniny obecného vzorce II je možno připravit rovněž přes intermediární enolester, který vzniká při reakci sloučenin obecného vzorce II popřípadě jako směs isomerů a přesmykne se v přítomnosti imidazolových nebo pyridinových derivátů /JP-OS 79/063052/.



Shora uvedené reakční schema ilustruje přípravu sloučenin obecného vzorce III postupy známými z literatury.

Aldehydy obecného vzorce R¹-CHO lze získat známým způsobem, jako Vilsmeierovou reakcí, metalací a reakcí s dimethylformamidem, štěpením acetalů, Sommeletovou reakcí, hydroformylací, oxidací primárních alkoholů, hydrolyzou geminálních dihalogenidů nebo redukcí chloridů, esterů a nitrilů karboxylových kyselin.

Přípravu derivátů cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce I ilutrují následující příklady provedení, jimiž se však rozsah vynalezu v žádném směru neomezuje. V těchto příkladech odpovídá vztah hmotnostních dílů k dílům objemovým vztahu kilogramů k litrům.

Příklad 1

Směs 4,6 dílu hmotnostního 2-butyryl-5-/2-benzo[b]furyl/cyklohexan-1,3-dionu, 1,2 dílu hmotnostního allyloxyaminu a 30 objemových dílů ethanolu se při teplotě místnosti 12 hodin míchá.

Rozpouštědlo se oddestiluje za sníženého tlaku, zbytek se vyjme 50 díly dichlormethanu, roztok se dvakrát promyje vodou a po vysušení síranem sodným se rozpouštědlo oddestiluje za sníženého tlaku.

Ve výtěžku 92 % se získá 2-/1-allyloxyaminobutyliden/-5-/2-benzo[b]furyl/cyklohexan-1,3-dion /sloučenina č. 2/ ve formě viskózního oleje.

Analýza: pro C₂₁H₂₃NO₄ /353/
vypočteno 71,4 % C, 6,6 % H, 3,9 % N;
nalezeno 71,4 % C, 6,2 % H, 3,4 % N.

Příklad 2

Směs 7,0 dílu hmotnostních 2-butyryl-5-/2-benzo[b]thienyl/cyklohexan-1,3-dionu, 2,4 dílu

hmotnostního ethyloxyamoniumchloridu, 2,1 dílu hmotnostního hydrogenuhličitanu sodného a 70 dílů methanolu se 12 hodin míchá při teplotě místnosti, načež se rozpouštědlo oddestiluje za sníženého tlaku.

Zbytek se extrahuje 50 díly vody a 50 díly methylenchloridu, spojené organické fáze se promyjí vodou, vysuší se síranem sodným a odpaří se za sníženého tlaku.

Ve výtěžku 95 % se získá 2-/1-ethoxyaminobutyliden/-5-/2-benzo[b]thienyl/cyklohexan-1,3-dion ve formě světle hnědé pevné látky o teplotě tání 73 až 76 °C /sloučenina č. 10/.

Analýza: pro $C_{20}H_{23}NO_3S$ /357/

vypočteno 67,2 % C, 6,4 % H, 3,9 % N;
nalezeno 67,0 % C, 6,4 % H, 4,6 % N.

6

Analogickým způsobem se připraví rovněž následující sloučeniny obecného vzorce I:

sloučenina č.	R^1	R^2	R^3	R^4	n_D /teplota tání /°C/
1	2-benzo[b] furyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
2	2-benzo[b]furyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
3	2-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
4	2-ethyl-3-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	1,5621 /21 °C/
5	2-ethyl-3-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇	
6	2-ethyl-3-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5695 /21 °C/
7	2-ethyl-3-benzo[b]furyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -C≡CH	
8	2-ethyl-3-benzo[b]furyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CCl=CCl ₂	
9	2-ethyl-3-benzo[b]furyl	COOCH ₃	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
10	2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	76 - 79
11	2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	50
12	2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	54
13	2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -C≡CH	72
14	2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CHCl	82
15	3-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
16	3-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	1,6158 /24 °C/
17	3-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	1,5995 /23 °C/
18	3-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	1,6038 /23 °C/

pokračování tabulky

sloučenina č.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	n _D /teplota tání /°C/
19	3-chlor-2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	69 - 70
20	3,6-dichlor-2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	106 - 108
21	3,6-dichlor-2-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	71 - 74
22	3-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	112 - 115
23	3-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	64
24	2-methoxy-3-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	105 - 112
25	2-methoxy-3-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	80 - 84
26	2,6-dimethoxy-3-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	114 - 116
27	2-chlor-6-methoxy-3-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	100 - 107
28	4-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
29	4-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
30	3,7-dichlor-8-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
31	3,7-dichlor-8-chinolyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
32	3-chromanyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	88 - 92
33	3-chromanyl	H	n-C ₃ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	67 - 71
34	3-chromanyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
35	3-chromanyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
36	2-methyl-3-chromanyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
37	2-methyl-3-chromanyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
38	2-methyl-3-chromanyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
39	2-methyl-3-chromanyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
40	2,2-dimethyl-3-chromanyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
41	2,2-dimethyl-3-chromanyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
42	2,2-dimethyl-3-chromanyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
43	2,2-dimethyl-3-chromanyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
44	2-methyl-2H-chromen-3-yl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	

pokračování tabulky

sloučenina č.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	n _D ²⁰ /teplota tání /°C
45	2-methyl-2H-chromen-3-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5880 /27 °C/
46	2-methyl-2H-chromen-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5830 /22 °C/
47	2-methyl-2H-chromen-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	1,5786 /23 °C/
48	2,2-dimethyl-2H-chromen-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	1,5744 /26 °C/
49	2,2-dimethyl-2H-chromen-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5798 /23 °C/
50	2,2-dimethyl-2H-chromen-3-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5804 /26 °C/
51	2,2-dimethyl-2H-chromen-3-yl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	1,5783 /26 °C/
52	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	1,5638 /23 °C/
53	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5755 /23 °C/
54	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	67 - 68
55	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	51 - 53
56	2,3-dihydro-5-benzo[b]furyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
57	2,3-dihydro-5-benzo[b]furyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
58	2,3-dihydro-5-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
59	2,3-dihydro-5-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
60	1-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	52 - 56
61	1-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	86 - 88
62	1-naftyl	COOCH ₃	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	105 - 110
63	1-naftyl	CN	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
64	1-naftyl	CN	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
65	1-naftyl	CN	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
66	1-naftyl	CN	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
67	1-naftyl	CH ₃	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
68	1-naftyl	CH ₃	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
69	1-naftyl	CH ₃	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	
70	1-naftyl	CH ₃	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH≡CH	

pokračování tabulky

sloučenina č.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	n _D ²⁰ /teplota tání /°C/
71	1-naftyl	CH ₃	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CHCl	
72	1-naftyl	CH ₃	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CCl=CCl ₂	
73	2-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
74	2-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
75	2-naftyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	1,6015 /23 °C/
76	2-naftyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
77	2-naftyl	COOCH ₃	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	105
78	2-naftyl	COOCH ₃	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
79	2-naftyl	COOCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	52
80	2-naftyl	COOCH ₃	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	50 - 55
81	6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydro-1-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
82	6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydro-1-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
83	1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
84	1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
85	1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
86	1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
87	6-methoxy-1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
88	6-methoxy-1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ CH=CH ₂	104 - 106
89	6-methoxy-1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ CH=CH ₂	56 - 58
90	6-methoxy-1,2,3,4-tetrahydro-2-naftyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
91	1-indanyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
92	1-indanyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
93	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	1,5368 /30 °C/

pokračování tabulky

sloučenina č.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	n _D ²⁵ /teplota tání /°C/
94	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyranopyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5430 /30 °C/
95	2-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
96	2-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
97	3-methyl-2-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
98	3-methyl-2-benzo[b]furyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
99	3-methyl-2-benzo[b]furyl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
100	3-methyl-2-benzo[b]furyl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
101	2-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
102	2-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
103	3-chlor-2-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
104	3-chlor-2-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
105	3,6-dichlor-2-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
106	3,6-dichlor-2-benzo[b]thienyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
107	3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
108	3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
109	2-methoxy-3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
110	2-methoxy-3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
111	2,6-dimethoxy-3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
112	2,6-dimethoxy-3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
113	2-chlor-6-methoxy-3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
114	2-chlor-6-methoxy-3-chinolyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
115	4-chinolyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
116	4-chinolyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
117	3,7-dichlor-8-chinolyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
118	3,7-dichlor-8-chinolyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	

pokračování tabulky

sloučenina č.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	n _D /teplota tání /°C/
119	1-naftyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
120	1-naftyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
121	6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydro-1-naftyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
122	6,7-dimethyl-1,2,3,4-tetrahydro-1-naftyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
123	1-indanyl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
124	1-indanyl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
125	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
126	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
127	3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	57 - 60
128	3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5360 /23 °C/
129	hexahydrochroman-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
130	hexahydrochroman-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
131	2H-chromen-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	50 - 56
132	2H-chromen-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5891 /32 °C/
133	2-methyl-2H-chromen-3-yl	COOCH ₃	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	1,5594 /26 °C/
134	2-methyl-2H-chromen-3-yl	COOCH ₃	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	1,5623 /26 °C/
135	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CBr=CHBr	71
136	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	
137	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	C ₂ H ₅	n-C ₃ H ₇	1,5667 /24 °C/
138	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CHCl	1,5820 /24 °C/
139	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	C ₂ H ₅	CH-CCl=CCl ₂	88 - 90
140	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -C≡CH	1,5872 /23 °C/
141	3-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	1,5935 /23 °C/

pokračování tabulky

sloučenina č.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	n _D /teplota tání /°C/
142	benzo-1,3-dioxol-5-yl	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	1,5638 /24 °C/
143	3-benzo[b]thienyl	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	1,5935 /23 °C/
144	hexahydrochroman-3-yl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
145	hexahydrochroman-3-yl	H	C ₂ H ₅	CH ₂ -CH=CH ₂	
146	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-thiino[3,2-c]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	
147	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-thiino[3,2-c]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	CH ₂ -CH=CH ₂	
148	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-thiino[3,2-c]pyran-3-yl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
149	benzo-1,3-dioxol-5-yl /sodná sůl/	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	> 200
150	benzo-1,3-dioxol-5-yl /tetrabutylammoniová sůl/	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	> 200
151	benzo-1,3-dioxol-5-yl /barnatá sůl/	H	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	> 200
152	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	C ₂ H ₅	cis-CH ₂ CH=CHCl	
153	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	C ₂ H ₅	trans-CH ₂ CH=CHCl	
154	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	cis-CH ₂ CH=CHCl 1,5543 /22 °C/	
155	4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	trans-CH ₂ CH=CHCl 1,5542 /22 °C/	
156	3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	C ₂ H ₅	cis-CH ₂ CH=CHCl	
157	3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	C ₂ H ₅	trans-CH ₂ CH=CHCl	
158	3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	cis-CH ₂ CH=CHCl	
159	3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl	H	n-C ₃ H ₇	trans-CH ₂ CH=CHCl	

Dále jsou uvedeny údaje $^1\text{H-NMR}$ spektroskopie, jimiž jsou chemické posuny v hodnotách delta /ppm/, naměřené v deuterovaném chloroformu za použití tetramethylsilanu jako vnitřního standardu.

Struktura signálů se označuje následujícími obvyklými zkratkami:

s = singlet

d = doublet

m = multiplet

q = kvartet

sloučenina

$$\text{--NH--O--CH}_2\text{--}$$

1	4,03 /q/	6,34 /s/	
2	4,45 /d/	6,34 /s/	
3	4,54 /d/	6,45 /s/	
15	4,15 /d/	7,15 /s/	
28	4,10 /q/	4,15 /m/	
29	4,55 /d/	4,20 /m/	
30	4,50 /d/	7,50 /s/	
31	4,10 /q/	7,50 /s/	
56	4,02 /q/	4,45 /t/	
57	4,53 /d/	4,45 /t/	
73	4,53 /d/	3,50 /m/	
74	4,12 /q/	3,50 /m/	
76	4,60 /d/	3,50 /m/	
78	4,53 /d/	3,55 /s/	
36	3,93 /s/ OCH ₃	5,97 /s/	

Signály ^1H -NMR spekter pro další sloučeniny podle vynálezu jsou uvedeny v následujícím přehledu:

sloučenina č.	hodnoty delta /ppm/
125	1,30 /t/, 2,60 /s/, 4,05 /q/
126	1,15 /t/, 2,60 /s/, 4,55 /q/
129	1,30 /t/, 3,18 /t/, 4,10 /q/
130	1,00 /t/, 3,10 /t/, 3,50 /s/

Aplikace účinných látek podle vynálezu jako herbicidů se provádí například ve formě přímo rozstřikovatelných roztoků, prášků, suspenzí či disperzí, emulzí, olejových disperzí, past, popraší, prostředků k pohažování, nebo granulátů a to postříkem, nátěrem, impregnací, zamlžováním, poprašováním, pohažováním nebo zálivkou.

Aplikační formy prostředků se zcela řídí účely použití - v každém případě však mají zajistit co nejjemnější rozptýlení účinných látek, resp. prostředků.

Pro výrobu přímo rozstřikovatelných roztoků, emulzí, past a olejových disperzí přicházejí v úvahu frakce minerálního oleje o střední až vysoké teplotě varu, jako je kerosin nebo dieselový olej, dále dehtové oleje atd., jakož i oleje rostlinného nebo živočišného původu, alifatické, cyklické a aromatické uhlovodíky, například benzen, toluen, xylen, parafin, tetrahydroftalaten, alkylované naftaleny nebo jejich deriváty, například methanol, ethanol, propanol, butanol, chloroform, tetrachlormethan, cyklohexanol, cyklohexanon, chlorbenzen, isoforon atd., silně polární rozpouštědla, například dimethylformamid, dimethylsulfoxid, N-methylpyrrolidon, voda atd.

Vodné aplikační formy se mohou připravovat z emulzních koncentrátů, past nebo ze smáčitelných prášků či olejových disperzí přídavkem vody. Pro přípravu emulzí, past nebo olejových disperzí se mohou látky jako takové nebo rozpuštěny v oleji nebo rozpouštědle, homogenizovat pomocí smáčedel, adheziv, dispergátorů nebo emulgátorů ve vodě.

Mohou se však připravovat také koncentráty sestávající z účinné látky, smáčedla, adheziva, dispergátoru nebo emulgátoru a eventuálně rozpouštědla nebo oleje, které jsou vhodné k ředění vodou.

Z povrchově aktivních láték lze jmenovat: soli kyseliny ligninsulfonové a alkalickými kovy, s kovy alkalických zemin a soli amoniiové, odpoívající soli kyselin naftalensulfonových, fenolsulfonových, alkylarylsulfonátů, alkylsulfátů, alkylsulfonátů, soli kyseliny dibutyl-naftalensulfonové s alkalickými kovy a s kovy alkalických zemin, laurylethersulfát, sulfato-vané mastné alkoholy, dále soli mastných kyselin s alkalickými kovy a s kovy alkalických zemin, soli sulfatovaných hexadekanolů, heptadekanolů, oktadekanolů, soli sulfatovaných glykol-etherů mastných alkoholů, kondenzační produkty sulfonovaného naftalenu a derivátů naftalenu s fes-formaldehydem, kondenzační produkty naftalenu, popřípadě kyselin naftalensulfonových s fenoolem a formaldehydem, polyoxyethylenoktylenolethery, ethoxylované isooctylfenol-, oktylfenol-, nonylfenol-, alkylfenolpolyglykolethery, tributylfenylpolyglykolethery, alkylaryl-polyetheralkoholy, isotridecylalkohol, kondenzační produkty mastných alkoholů s ethylenoxidem, ethoxylovaný ricinový olej, polyoxyethylenalkylethery, ethoxylovaný polyoxypropilen, laurylalkoholpolyglykoletheracetal, estery sorbitu, lignin, sulfitové odpadní louhy a methylcelulózu.

Prášky, posypy a popraše se mohou vyrábět smísením nebo společným rozemletím účinných láték s pevnou nosnou látkou.

Granuláty, například obalované granuláty, impregnované granuláty a homogenní granuláty, se mohou vyrábět vázáním účinných láték na pevné nosné látky. Pevnými nosiči jsou například

minerální hlinky, jako silikagel, kyseliny křemičité, silikáty, mastek, kaolin, attaclay, vápenec, vápno, křída, bólus, spráš, jíl, dolomit, křemelina, síran vápenatý a síran hořečnatý, kysličník hořečnatý, mleté umělé hmoty, hnojiva, jako je například síran amonný, fosforečnan amonný, dusičnan amonný, močoviny a rostlinné produkty, jako je obilná moučka, moučka z kůry stromů, dřevná moučka a moučka z ořechových skořápek, prášková celulóza a další pevné nosné látky.

Shora uvedené prostředky obsahují mezi 0,1 až 95 % hmotnostními, s výhodou mezi 0,5 až 90 % hmotnostními účinné látky.

V následující části jsou uvedeny příklady složení a přípravy prostředků podle vynálezu.

I. 90 dílů hmotnostních sloučeniny 2 se smísí s 10 díly hmotnostními N-methyl-alfa-pyrrolidonu, čímž se získá roztok, který je vhodný k aplikaci ve formě co nejmenších kapiček.

II. 10 dílů hmotnostních sloučeniny 10 se rozpustí ve směsi, která sestává z 90 dílů hmotnostních xylenu, 6 dílů hmotnostních adičního produktu 8 až 10 mol ethylenoxidu na 1 mol N-monoethanolamidu kyseliny olejové, 2 dílů hmotnostních vápenaté soli kyseliny dodecylbenzen-sulfonové a 2 dílů hmotnostních adičního produktu 40 mol ethylenoxidu na 1 mol rycinového oleje.

III. 20 dílů hmotnostních sloučeniny 3 se rozpustí ve směsi, která sestává z 60 dílů hmotnostních cyklohexanonu, 30 dílů hmotnostních isobutanolu, 5 dílů hmotnostních adičního produktu 7 mol ethylenoxidu na 1 mol isooctylfenolu a 5 dílů hmotnostních adičního produktu 40 mol ethylenoxidu na 1 mol rycinového oleje.

IV. 20 dílů hmotnostních sloučeniny 38 se rozpustí ve směsi, která sestává z 25 dílů hmotnostních cyklohexanolu, 65 dílů hmotnostních frakce minerálního oleje o teplotě varu 210 až 280 °C a 10 dílů hmotnostních adičního produktu 40 mol ethylenoxidu na 1 mol rycinového oleje. Vylitím a jemným rozptýlením roztoku ve 100 000 dílech hmotnostních vody se získá vodná disperze s obsahem 0,02 % hmotnostního účinné látky.

V. 80 dílů hmotnostních účinné látky 74 se důkladně promísí se 3 díly hmotnostními sodné soli kyseliny diisobutylnaftalen-alfa-sulfonové, 10 díly hmotnostními sodné soli kyseliny ligninsulfonové z odpadních sulfitových louchů a 7 díly hmotnostními práškovitého silikagelu, a získaná směs se rozmetele v kladivovém mlýnu.

VI. 5 dílů hmotnostních sloučenin 40 se důkladně promísí s 95 díly hmotnostními jemně rozmělněného kaolinu. Tímto způsobem se získá popraš, která obsahuje 5 hmotnostních procent účinné látky.

VII. 30 dílů hmotnostních sloučeniny 123 se důkladně promísí se směsi 92 dílů hmotnostních práškovitého silikagelu a 8 dílů hmotnostních parafinového oleje, který byl nastříkán na povrch tohoto silikagelu. Tímto způsobem se získá účinný přípravek s dobrou přilnavostí.

VIII. 20 dílů účinné látky 68 se důkladně promísí se 2 díly vápenaté soli dodecylbenzen-sulfonové kyseliny, 8 díly polyglykoletheru mastného alkoholu, 2 díly sodné soli kondenzačního produktu fenolsulfonové kyseliny, močoviny a formaldehydu a 68 díly parafinického minerálního oleje, čímž se získá stabilní olejová disperze.

Účinné látky podle vynálezu a prostředky je obsahující lze aplikovat před vzejitím /preemergentně/ nebo po vzejití /postemergentně/. S výhodou se popisované nové herbicidní prostředky aplikují po vzejití nežádoucích rostlin.

Pokud jsou používané účinné látky pro některé kulturní rostliny méně snášitelné, je možno použít takových aplikačních technik, při nichž se herbicidní prostředek pomocí vhodného

postřikového zařízení aplikuje tak, aby listy citlivých rostlin nebyly pokud možno aplikovaným postřikem zasaženy, ale aby se účinné látky dostaly na listy nežádoucích rostlin rostoucích pod těmito kulturními rostlinami, nebo na nepokrytý povrch půdy /post-directed, lay-by/.

Spotřeba účinné látky v závislosti na účelu, pro který se ošetření provádí, na roční době, ošetřovaných rostlinách a růstovém stadiu se pohybuje od 0,05 do 5, s výhodou od 0,1 do 1,0 kg/ha.

Účinek herbicidních prostředků podle vynálezu na růst nežádoucích a užitkových rostlin dokládají následující pokusy ve skleníku.

Jako kultivační nádoby se používají květináče z plastické hmoty o obsahu 300 cm³ a jako substrát hlinitopísčitá půda s obsahem cca 1,5 % humusu. Do těchto nádob se odděleně podle druhů mělce zasijí semena pokusných rostlin.

Při preemergentním ošetření se účinné látky aplikují na povrch půdy bezprostředně po tomto zasetí. Pro aplikační účely se jednotlivé účinné látky suspendují nebo emulgují ve vodě jako dispergačním prostředí a za pomoci trysek umožňujících jemné rozptýlení se aplikují postřikem.

Při tomto způsobu aplikace činí spotřeba účinné látky 3,0 kg/ha. Po aplikaci účinného prostředku se květináče mírně pokropí vodou, aby se povzbudilo klíčení a růst rostlin. Nádoby se pak až do vzejítí rostlin zakryjí průhlednými víčky z plastické hmoty. Tímto zakrytím se docílí rovnoměrné vyklíčení pokusných rostlin, pokud ještě nebyly poškozeny účinným prostředkem.

Pro postemergentní ošetření se rostliny podle svého habitu vypěstují do výšky 3 až 15 cm, a teprve potom se provádí ošetření. Rostliny sójí, používané k postemergentní aplikaci, se pěstují v substrátu obohaceném rašelinou.

Ovlivnění výsledků se není třeba obávat, protože se jedná o ošetření listů rostlin. Totéž platí pro rýži. Pro postemergentní ošetření se volí buď rostliny přímo zaseté a vypěstované v téže nádobě nebo rostliny vypěstované v jiné nádobě do stadia klíčních rostlin, a několik dnů před ošetřením přepíchané do pokusných nádob.

Spotřeba při postemergentním ošetření činí například 0,125, 0,25, 0,5 nebo 3,0 kg účinné látky na hektar. Zakrývání pokusných nádob při postemergentním ošetření odpadá.

Při provádění pokusu ve skleníku se teplomilnější druhy rostlin umisťují do teplejších oblastí skleníku /20 až 35 °C/ a rostliny, jimž lépe vyhovuje střední klima, výhodně do oblastí s teplotou 10 až 20 °C.

Trvání pokusu se pohybuje od 2 do 4 týdnů. Během této doby se rostliny pěstují obvyklým způsobem a vyhodnocuje se jejich reakce na jednotlivá ošetření.

Vyhodnocování se provádí za použití stupnice 0 až 100, kde 0 znamená žádné poškození nebo normální vzcházení a 100 představuje žádné vzcházení, popřípadě úplné zničení přinejmenším nadzemních částí rostlin.

Ke shora popsaným testům ve skleníku se používají následující pokusné rostliny:

botanický název	český název
Alopecurus myosuroides	psářka polní
Avena fatua	oves hluchý
Avena sativa	oves setý
Beta vulgaris	řepa cukrová

pokračování tabulky botanický název	český název
Bromus inermis	sveřep
Echinochloa crus-galli	ježatka kuří noha
Gossypium hirsutum	bavlník
Glycine max	sója
Hordeum vulgare	ječmen
Lolium multiflorum	jílek mnohokvětý
Oryza sativa	rýže
Panicum spec.	proso
Poa pratensis	lipnice
Setaria spp.	bér
Sorghum halepense	čirok halepský
Triticum aestivum	pšenice
Zea mays	kukuřice

Výsledky dosažené s reprezentativními sloučeninami podle vynálezu při shora popsaných testech jsou uvedeny v následujících tabulkách:

T a b u l k a 1

Herbicidní účinnost při preemergentní aplikaci účinných látek v dávce 3,0 kg/ha

účinná látka č.	pokusné rostlinky a poškození v %	
	Echinochloa crus-galli	Lolium multiflorum
3	90	100
22	95	100
27	90	100
28	100	100
29	100	100
30	95	100
60	100	100
75	100	100
93	95	100
94	95	100

T a b u l k a 2

Hubení nežádoucích travnatých plevelů v kulturách širokolistých rostlin při postemergentní aplikaci účinných látek v dávce 0,25 mg/ha

účinná látka č.	pokusné rostlinky a poškození v %				
	Beta vulgaris	Glycine max.	Alopecurus myosuroides	Avena fatua	Lolium multiflorum
55	0	0	100	100	100
54	0	0	90	90	100
56	0	0	100	100	100

T a b u l k a 3

Hubení nežádoucích travnatých plevelů v pšenici při postemergentní aplikaci účinné látky v dávce 0,25 kg/ha

240979		18		
účinná látku č.	Triticum aestivum	Alopecurus myosuroides	Lolium multiflorum	Seta italica
91	0	95	80	95

T a b u l k a 4

Hubení travnatých plevelů při postemergentní aplikaci účinných láték v dávce 0,125 kg/ha

pokusná rostlina	poškození v % při aplikaci účinné látky č.	
	93	94
Glycine max	0	0
Gossypium hirsutum	0	0
Alopecurus myosuroides	98	98
Echinochloa crus-galli	100	99
Avena fatua	100	100
Sorghum halepense	100	94
Bromus inermis	95	82
Poa pratensis	90	90
Panicum spp.	100	100

T a b u l k a 5

Hubení psáry polní v pšenici při postemergentní aplikaci

účinná látku č.	spotřeba /kg/ha/	pokusné rostliny a poškození v %	
		Triticum aestivum	Alopecurus myosuroides
22	0,5	0	95
31	0,25	0	90

T a b u l k a 6

Hubení ježatky kuří nohy v rýži při postemergentní aplikaci účinné látky č. 53 v dávce 0,125 kg/ha

pokusná rostlina	poškození v %
Oryza sativa	10
Echinochloa crus-galli	90

T a b u l k a 7

Hubení jílku mnohokvětého v kultuře ovsy při preemergentní aplikaci účinných láték v dávce 3,0 kg/ha

účinná látka	pokusné rostliny a poškození v %	
	Avena sativa	Lolium multiflorum
12	0	90
13	0	100
14	0	98

T a b u l k a 8

Herbicidní účinnost při postemergentní aplikaci účinných látek v dávce 3,0 kg/ha

účinná látku č.	pokusné rostliny a poškození v %	
	Echinochloa crus-galli	Lolium multiflorum
25	100	100
26	100	100
51	100	100
49	100	80
89	90	100
88	100	100
150	100	100
151	98	100

T a b u l k a 9

Herbicidní účinnost při postemergentní aplikaci účinné látky č. 127 v dávce 0,125 kg/ha

pokusná rostlina	poškození v %
Glycine max	0
Bromus inermis	90
Echinochloa crus-galli	98
Hordeum vulgare	95
Setaria italica	99
Sorghum halepense	85
Zea mays	99

T a b u l k a 10

Selektivní herbicidní účinnost při postemergentní aplikaci účinných látek v dávce 0,125 kg/ha

pokusná rostlina	poškození v % při aplikaci	
	účinné látky č. 125	126
Alopecurus maosuroides	98	98
Echinochloa crus-galli	98	95
Avena fatua	95	95
Sorghum halepense	90	95
Bromus spp.	98	80

T a b u l k a 11

Herbicidní účinnost proti travnatým rostlinám v kultuře sóji při postemergentní aplikaci účinné látky v dávce 0,25 kg/ha

účinná l látku č.	pokusné rostliny a poškození v %				
	Glycine max.	Echinochloa crus-galli	Setaria italica	Sorghum bicolor	Zea mays
129	0	100	100	95	100

K srovnávacím účelům byla testována herbicidní účinnost strukturně úzce příbuzné srovnavací látky, jíž je 2-[1-/ethoxyamino/propyliden]-5-/2-furyl/cyklohexan-1,3-dion známý z DE-OS 24 39 104 /sloučenina A/ v porovnání s účinností tří sloučenin podle vynálezu. Všechny účinné látky byly aplikovány postemergentně a pokus byl prováděn shora popsaným způsobem.

Dosažené výsledky, z nichž jasně vyplývá lepší účinnost sloučenin podle vynálezu, jsou uvedeny v následující tabulce 12.

T a b u l k a 1 2

Herbicidní účinnost při postemergentní aplikaci účinných látek

účinná látku č.	pokusné rostliny a poškození v %				
	Glycine max	Alopecurus myosuroides	Avena fatua	Setaria italica	Zea mays
	/spotřeba 0,125 kg/ha/	/spotřeba 0,06 kg/ha/			
A	0	65	60	50	55
125	0	98	95	85	90
144	0	90	100	100	98
127	0	98	100	95	97

S ohledem na dobrou snášitelnost a na mnohostrannost aplikačních metod je možno prostředky podle vynálezu používat ještě v celé řadě dalších kulturních rostlin k ničení nežádoucích travnatých plevelů nebo i travnatých kulturních rostlin pokud rostou na místech, kde nejsou žádoucí.

V úvahu přicházejí například následující kulturní rostliny:

botanický název	český název
Allium cepa	cibule
Ananas comosus	ananas
Arachia hypogaea	podzemnice olejná
Asparagus officinalis	chřest
Beta vulgaris spp. altissima	řepa cukrovka
Beta vulgaris spp. rapa	krmná řepa
Beta vulgaris spp. esculenta	červená řepa
Brassica napus var. napus	řepka
Brassica napus var.	
napobrassica	tuřín
Brassica napus var. rapa	bílé řepa
Brassica napus var. silvestris	řepka olejka
Camellia sinensis	čajovník
Carthamus tinctorius	světlíce barvířská
Carya illinoinensis	ořechovec pekan
Citrus limon	citroník
Citrus maxima	citroník největší
Citrus reticulata	mandarinka
Citrus sinensis	pomeranč
Coffea arabica /Coffea canephora, Coffea liberica/	kávovník
Cucumis melo	meloun
Cucumis sativus	okurka
Cynodon dactylon	troskut
Deucus carota	mrkev
Elaeis guineensis	kokosová palma

botanický název	český název
<i>Fragaria vesca</i>	jahodník obecný
<i>Glycine max</i>	sojá
<i>Gossypium hirsutum</i>	bavlník
/ <i>Gossypium arboreum</i>	"
" <i>herbaceum</i>	"
" <i>vitifolium</i> /	"
<i>Helianthus annuus</i>	slunečnice
<i>Helianthus tuberosus</i>	topinambur
<i>Hevea brasiliensis</i>	kaučukovník
<i>Hordeum vulgare</i>	ječmen
<i>Humulus lupulus</i>	chmel
<i>Ipomoea batatas</i>	sladký brambor
<i>Juglans regia</i>	vlašský ořech
<i>Lactuca sativa</i>	salát
<i>Lens culinaris</i>	čočka jedlá
<i>Linum usitatissimum</i>	len
<i>Lycopersicon lycopersicum</i>	rajské jablíčko
<i>Malus spp.</i>	jabloně
<i>Manihot esculenta</i>	tapioka
<i>Medicago sativa</i>	vojtěška
<i>Mentha piperita</i>	máta peprná
<i>Musa spp.</i>	banánovník
<i>Nicotiana tabacum /N. rustica/</i>	tubák
<i>Olea europaea</i>	oliva
<i>Oryza sativa</i>	rýže
<i>Phaseolus lunatus</i>	fazol
<i>Phaseolus mungo</i>	-
<i>Phaseolus vulgaris</i>	keříčkový fazol
<i>Petroselinum crispum spp.</i>	
<i>tuberosum</i>	petržel kořenová
<i>Picea abies</i>	smrk
<i>Abies alba</i>	jedle bělokorá
<i>Pinus spp.</i>	borovice
<i>Pisum sativum</i>	hrách
<i>Prunus avium</i>	třešeň
<i>Prunus domestica</i>	švestka
<i>Prunus dulcis</i>	mandloň
<i>Prunus persica</i>	broskvň
<i>Pyrus communis</i>	hrušeň
<i>Ribes sylvestre</i>	rybíz červený
<i>Ribes uva-crispa</i>	angrešt
<i>Ricinus communis</i>	skočec
<i>Saccharum officinarum</i>	cukrová třtina
<i>Secale cereale</i>	žito
<i>Sesamum indicum</i>	sesam
<i>Solanum tuberosum</i>	brambor
<i>Spinacia oleracea</i>	špenát
<i>Theobroma cacao</i>	kakaovník
<i>Trifolium pratense</i>	jetel
<i>Triticum aestivum</i>	pšenice
<i>Vaccinium corymbosum</i>	borůvka
<i>Vaccinium vitis-idaea</i>	brusinka
<i>Vicia faba</i>	bob koňský
<i>Vigna sinensis /V. unguiculata/</i>	bob
<i>Vitis vinifera</i>	vinná réva

K rozšíření spektra účinnosti a k dosažení rovněž synergického účinku je možno účinné látky podle vynálezu mísit a společně aplikovat s četnými dalšími účinnými látkami náležejícími do jiných skupin herbicidů nebo regulátorů růstu rostlin.

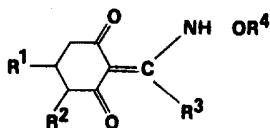
Jako příklady vhodných komponent do téchto směsí se uvádějí diaziny, 4H-3,1-benzoxazinové deriváty, benzothiadiazinony, 2,6-dinitroaniliny, N-fenylkarbamáty, thiolkarbamáty, halogenované karboxylové kyseliny, triaziny, amidy, deriváty močoviny, difenylethery, triazinony, uracily, deriváty benzofuranu, deriváty cyklohexan-1,3-dionu s jinou strukturou než mají sloučeniny obecného vzorce I, jakož i další herbicidně účinné látky.

Mimoto může být užitečné aplikovat herbicidní sloučeniny podle vynálezu, ať už samotné nebo v kombinaci s dalšími herbicidy, ještě také ve směsi s jinými činidly k ochraně rostlin, například s činidly k potírání škůdců nebo fytopathogenních hub, popřípadě bakterií.

Zajímavá je rovněž mísetelnost látek podle vynálezu s roztoky minerálních solí používaných k doplňování chybějících živin nebo stopových prvků. Dále je možno přidávat i nefytotoxické oleje a olejové koncentráty.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že obsahuje inertní přísady a jako účinnou složku 0,1 až 95 % hmotnostních derivátů cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce I



/I/

ve kterém

R^1 představuje popřípadě alkylovými skupinami s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxyksupinami s 1 až 3 atomy uhlíku nebo atomy halogenů substituovaný benzofurylový, benzothienylový, chinolylový, chromanylový, 2H-chromenylový, benzo-1,3-dioxoloylový, 2,3-dihydrobenzo[b]furylový, naftylový, tetrahydronaftylový, indanylový, 4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyranylový, 3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyranylový nebo hexahydrochromanylový zbytek,

R^2 znamená atom vodíku, methoxykarbonylovou skupinu, ethoxykarbonylovou skupinu, methylovou skupinu nebo kyanoskupinu,

R^3 představuje alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a

R^4 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku, halogenalkenylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku a 1 až 3 atomy halogenů nebo propargylovou skupinu, nebo jeho soli.

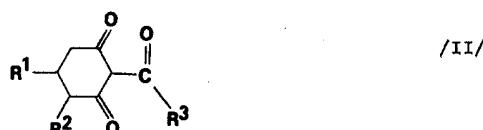
2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje derivát cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce I podle bodu 1, ve kterém R^1 představuje popřípadě alkylovými skupinami s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxyksupinami s 1 až 3 atomy uhlíku nebo atomy halogenů substituovaný benzo[b]thienylový, benzo-1,3-dioxoloylový, chinolylový, tetrahydronaftylový, 4a,7,8,8a-tetrahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyranylový nebo 3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyranylový zbytek.

3. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje 2-/1-ethoxyaminobutyliden/-5-/4a,7,8,8a-tetrahydro-2H-5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl/cyklohexan-1,3-dion.

4. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje 2-/1-ethoxyaminobutyliden/-5-/3,4,4a,7,8,8a-hexahydro-2H,5H-pyrano[4,3-b]pyran-3-yl/cyklohexan-1,3-dion.

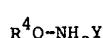
5. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje 2-/1-allyloxyaminobutyliden/-5-/3,7-dichlor-8-chinolyl/cyklohexan-1,3-dion.

6. Způsob výroby derivátů cyklohexan-1,3-dionu obecného vzorce I podle bodu 1, vyznačující se tím, že se 2-alkanoylcyklohexan-1,3-dion obecného vzorce II



ve kterém

R^1 , R^2 a R^3 mají význam jako v bodu 1,
nechá reagovat s amoniovou sloučeninou obecného vzorce



ve kterém

R^4 má význam jako v bodu 1 a

Y představuje aniont,
v inertním ředitle, popřípadě v přítomnosti vody, při teplotě mezi 0 a $80^\circ C$ v přítomnosti báze.