

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) 189 596

B

A bejelentés napja: (22) 82. 06. 25.

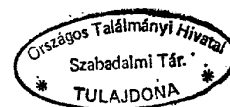
(21) 2065/82

A bejelentés elsőbbsége:	(33) JP:	(32) 81. 06. 25.	(31) (Sho 56-97 486)
		81. 09. 16.	(Sho 56-144 778)
		81. 12. 07.	(Sho 56-195 604)
		81. 12. 07.	(Sho 56-195 605)

A közzététel napja: (41) (42) 1984. 04. 30.

Megjelent: (45) 1988. VIII. 31.

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) NSZO,
A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257



Feltaláló(k): (72)

MASAHIRO Aya, biológus, JUNICHI Saito, vegyész, KAZUOMI Yasui, biológus, KOICHI Moriya, vegyész, Tokió, KOZO Shiokawa, vegyész, Kanagawa-ken, JP

Szabadalmaz: (73)

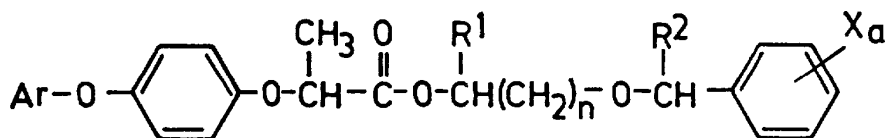
Nihon Tokushu **Noyaku Seizo** K. K., Tokió, JP

(54) **HATÓANYAGKÉNT ÚJ, SZUBSZTITUÁLT FENOXI-PROPIONÁTOKAT TARTALMAZÓ
HERBICID KÉSZÍTMÉNYEK ÉS ELJÁRÁS A HATÓANYAGOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA**

(57) KIVONAT

A találmány szerinti készítmények, melyek hatóanyagainak (I) általános képletében R¹ és R² jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport, X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, nitrocsoport, 1-4 szénatomos

alkil- vagy alkoxicsoport, a és n jelentése egymástól függetlenül 1 vagy 2; és Ar jelentése trifluor-metil-, nitro- vagy 1-4 szénatomos alkilcsoporttal vagy halogénatommal egyszeresen vagy kétszeresen szubsztituált fenilcsoport.



(1)

A találmány tárgya hatóanyagként új, szubsztituált fenoxi-propionátokat tartalmazó herbicid készítmény, valamint eljárás a hatóanyag előállítására.

A 4 046 553. sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásból (megfelel az 51-106 735. sz. japán közrebocsátási iratnak) ismert, hogy olyan vegyületek, amelyeknek (A) általános képletében X^1 és X^2 jelentése minden esetben halogénatom; Y jelentése hidrogénatom vagy legfeljebb 6 szénatomos alkilcsoport; és Z jelentése oxigén- vagy kénatom, valamint ezek sói, észterei, amidjai és halogenidjei herbicid hatást fejtenek ki.

A japán 52-131 545. sz. közrebocsátási irat (megfelel a 2 617 804. sz. NSZK-beli szabadalmi leírásnak) olyan herbicid hatású vegyületeket ismert, amelyeknek (B) általános képletében R jelentése hidrogén- vagy halogénatom és R_1 jelentése

a) ciklohexil-, halogén-fenil-, nitro-fenil-, 1-6 szénatomos alkil-fenil-, adott esetben szubsztituensként halogénatomot és/vagy 1-4 szénatomos alkilcsoportot tartalmazó fenoxi-, 5 vagy 6 szénatomos alkoxi-, C_5-C_6 -alkoxi- C_2-C_4 -alkoxi-, 1-4 szénatomos alkoxi-etoxi-etoxi, 1-4 szénatomos acil-, (a) vagy (b) általános képletű csoporttal helyettesített 1-12 szénatomos egyenes vagy elágazó láncú alkilcsoport vagy a 2 helyzetben, vagy valamely, a karboxilcsoporttól távol lévő helyzetben fenilcsoporttal egyszerűen vagy többszörösen helyettesített egyenes vagy elágazó láncú 1-12 szénatomos alkilcsoport;

b) ciklohexil- vagy fenil- C_3-C_4 -alkenilcsoport;

c) egyenes- vagy elágazó láncú 1-4 szénatomos alkil-, fenil-, halogén-fenil-, egy vagy két szubsztituens tartalmazó 1-4 szénatomos alkil-fenil-csoporttal, halogénatommal adott esetben helyettesített 3 vagy 4 szénatomos alkinilcsoport, azzal a kikötéssel, hogy R_1 jelentése nem lehet propargil- vagy butinilcsoport;

d) (IV'), (V'), (VI') és (VII') általános képletű csoportok, ahol R_2 jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkoxi- vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport; R_3 jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil- vagy fenilcsoport; vagy R_2 és R_3 együtt 4 vagy 5 tagú telített vagy telítetlen alkilén láncot alkotnak, amelyben a metilcsoport oxigénatommal, $=C=O$ avagy $-N-(C_1-C_4\text{-alkil})$ -csoporttal helyettesített lehet, R_4 jelentése hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport, Z jelentése szerves vagy szervetlen anion, R_1 jelentése egyenes vagy elágazó láncú 1-12 szénatomos alkilcsoport, R_5 jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil-, 1-4 szénatomos halogén-alkil-, adott esetben halogénatommal, nitro- és/vagy 1-4 szénatomos alkilcsoporttal helyettesített fenilcsoport vagy a (VIII') vagy (IX') képletű csoport, R_6 jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport, végül n jelentése 0, 1 vagy 2;

e) furil-, tetrahydro-furil-, piridil- vagy oxiranilcsoport.

Az 52-144 637. sz. japán közrebocsátási irat (megfelel a 2 623 558. sz. NSZK-beli szabadalmi leírásnak) olyan herbicid hatású vegyületről számol be, amelynek (C) általános képletében R jelentése

azonos vagy különböző és minden esetben halogénatom, 1-4 szénatomos alkil vagy 1-4 szénatomos alkoxicsoport, Y jelentése oxigén- vagy kénatom, n jelentése 1 vagy 2 és R_1 jelentése

a) ciklohexil-, halogén-fenil-, nitro-fenil-, C_1-C_4 -alkil-fenil- vagy (II'), (III') vagy (IV') általános képletű csoporttal helyettesített egyenes vagy elágazó láncú 1-12 szénatomos alkilcsoport vagy a Z, vagy az Y szubsztituensről távol eső helyzetben azonos vagy különböző szubsztituensként hidroxil-, tio-cianato-, vagy fenilcsoporttal vagy halogénatommal egyszerűen vagy többszörösen helyettesített 1-12 szénatomos egyenes vagy elágazó láncú 1-12 szénatomos alkilcsoport;

b) mono- vagy di- (C_1-C_4) -alkil-ciklohexilcsoport;

c) halogénatommal, hidroxil-, fenil-, halogén-fenil- vagy alkil-fenil-csoporttal adott esetben helyettesített ciklohexenil vagy 3 vagy 4 szénatomos alkénilcsoport;

d) naftil-, adott esetben egyszerűen vagy többszörösen 1-4 szénatomos alkil-, 1-3 szénatomos halogén-alkil-, CF_3- , NO_2- , $CN-$, $SCN-$, $CHO-$, 1-3 szénatomos alkoxi-karbonil-, aminos-karbonil-, di- C_1-C_4 -alkil-amino- vagy C_1-C_2 -alkil-tio-csoporttal helyettesített és adott esetben halogénatomot is tartalmazó fenilcsoport; vagy - amennyiben Y jelentése oxigénatom - R_1 jelentése

e) egy vagy több 1-4 szénatomos alkil-, 1-4 szénatomos alkoxi-, fenil-, halogén-fenil-, 1-4 szénatomos alkil-fenil-csoporttal vagy halogénatommal adott esetben helyettesített egyenes vagy elágazó láncú 3-6 szénatomos alkinilcsoport;

f) 1-4 szénatomos alkilcsoporttal adott esetben helyettesített halogén-ciklohexil-csoport;

g) (V'), (VI'), (VII'), (VIII'), (IX'), (X'), (XI') vagy (XII') általános képletű csoport;

h) furil-, tetrahydro-furil-, piridil- vagy oxiranilcsoporttal helyettesített 1 vagy 2 szénatomos alkilcsoport;

i) 3-7 klór- vagy fluoratommal helyettesített 2-4 szénatomos alkilcsoport; vagy - amennyiben Y jelentése kénatom - R_1 jelentése

k) 3 vagy 4 szénatomos alkenilcsoport, ugyanakkor a fenti általános képletekben R_2 jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil-, 1-4 szénatomos alkoxi-, hidroxil-etil- vagy klór-etil-csoport, és R_3 jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil-, klór-etil-, fenil-, halogén-fenil-, 1-4 szénatomos alkil-fenil-, hidroxil-etil- vagy 1-4 szénatomos acilcsoport; vagy R_2 és R_3 jelentése együtt 2, 4 vagy 5 tagú telített vagy telítetlen szénhidrogén lánc, amelyekben az egyik szénatom oxigén- vagy nitrogénatommal, $-CO-$, $-NH-$ vagy $-N(C_1-C_4\text{-alkil})$ -csoporttal helyettesített lehet, R_4 jelentése hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport;

Z jelentése szervetlen vagy szerves sav-anion, R_1 jelentése egyenes- vagy elágazó láncú 1-12 szénatomos alkilcsoport; R_5 jelentése 1-6 szénatomos alkil-, 1-4 szénatomos halogén-alkil-, 2-7 szénatomos alkoxi-alkil-, 3-12 szénatomos alkoxi-alkoxi, hidroxil-etil-, vagy egy vagy két halogénatommal és/vagy 1-3 szénatomos alkilcsoporttal adott esetben helyettesített fenilcsoport; R_6 jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil-, 1-4 szénatomos

halogén-alkil-csoport, halogénatommal, nitro- és/vagy 1-4 szénatomos alkilcsoporttal adott esetben helyettesített fenilcsoport, vagy (c), (d) vagy (e) képletű csoport, R, jelentése 1-4 szénatomos alkil-, fenil-, halogén-fenil-, nitro-fenil- vagy alkil-fenil-csoport; R₈ jelentése hidrogénatom, 1-4 szénatomos alkil- vagy 1-4 szénatomos alkoxics csoport; R₉ jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport, és p jelentése 0, 1 vagy 2.

Továbbá a 2 812 571. sz. NSZK-beli szabadalmi leírásból (megfelel az 54-119 476. sz. japán közrebecsátási iratnak) ismertek az olyan herbicid hatású vegyületek, amelyeknek (D) általános képletében X jelentése fluor-, vagy klóratom, Y jelentése hidrogén- vagy klóratom, R jelentése hidrogénatom, metil- vagy etilcsoport, n jelentése 0 vagy 2 és Z¹ jelentése hidroxil-, adott esetben az alkil részben 1-3 halogénatommal helyettesített 1-6 szénatomos alkoxi-, C₁-C₄-alkoxi-C₁-C₄-alkoxi-, 2-4 szénatomos alkenil-oxi-, 2-4 szénatomos alkinil-oxi-, a cikloalkil szerkezetében 1-4 szénatomos alkilcsoporttal adott esetben helyettesített 3-6 szénatomos cikloalkil-, a fenil részben 1-3 halogénatommal vagy 1-4 szénatomos alkilcsoporttal adott esetben helyettesített fenoxi-, benzil-oxi-, glicidil-oxi-, 1-4 szénatomos alkil-tio-, 2-4 szénatomos alkenil-tio-, a fenil részben 1-3 halogénatommal vagy 1-4 szénatomos alkilcsoporttal adott esetben helyettesített fenil-tio-, 1-4 szénatomos alkil-amino-, 1-4 szénatomos C₁-C₄-alkoxi-karbonil-metil-amino-, hidroxil-karbonil-metil-amino-, adott esetben a fenil részben 1-3 halogénatommal helyettesített anilino-piridin-2-il-amino-csoport, oxigén kation vagy halogénatom.

A találmányunk tárgya olyan, új helyettesített fenoxi-propionátok előállítására, amelyeknek (I) általános képletében: R¹ és R² jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport; X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, nitro-, 1-4 szénatomos alkil- vagy 1-4 szénatomos alkoxics csoport; a és n jelentése egymástól függetlenül 1 vagy 2, és Ar jelentése trifluor-metil-, nitro-, 1-4 szénatomos alkilcsoporttal vagy halogénatommal egyszerűen vagy kétszeresen szubsztituált fenil- vagy piridilcsoport.

Az (I) általános képletű vegyületeket a találmány szerint úgy állítjuk elő, hogy

a) (II) általános képletű aril-oxi-fenoxi-származékot – a (II) általános képletben Ar jelentése a fenti és M hidrogén- vagy alkálifématomot jelent – (III) általános képletű vegyülettel – a (III) általános képletben R¹, R², X, a és n jelentése a fenti, míg Z¹ jelentése halogénatom – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk; vagy

b) (IV) általános képletű aril-oxi-fenoxi-származékot – a (IV) általános képletben Ar jelentése a fenti, míg Z² jelentése hidroxilcsoport vagy halogénatom –, egy (V) általános képletű vegyülettel – az (V) általános képletben R¹, R², X, a és n jelentése a fenti – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk; vagy

c) (VI) általános képletű aril-halogén-vegyületet – a (VI) általános képletben Ar és Z¹ jelentése a fenti – (VII) általános képletű vegyülettel – a (VII)

általános képletben R¹, R², X, a és n jelentése a fenti, míg M hidrogén- vagy alkálifématomot jelent – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk; vagy

5 d) (VIII) általános képletű 2-halogén-propionil-halogenidet – a (VIII) általános képletben Z¹ jelentése a fenti – (IX) általános képletű vegyülettel – a (IX) általános képletben R¹, R², X, a és n jelentése a fenti – reagáltatunk, majd a kapott (III) általános képletű 2-halogén-propionát-származékot az a) eljárás szerint tovább reagáltatjuk (I) általános képletű vegyületté; vagy

10 e) (III) általános képletű vegyületet – a (III) általános képletben R¹, R², X, a és n, valamint Z¹ jelentése a fenti – hidrokinnonnal reagáltatunk, és a kapott (VII) általános képletű 2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát-származékot a c) eljárás szerint tovább reagáltatjuk (I) általános képletű vegyületté.

A találmány szerinti a) reakcióvázlát (II) általános képletű kiindulási vegyületeire példaként az alábbiakat említjük:

4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol,
4-(2-trifluor-metil-fenoxi)-fenol,
4-(4-fluor-fenoxi)-fenol,
25 4-(2,4-diklór-fenoxi)-fenol,
4-(2-klór-4-nitro-fenoxi)-fenol,
4-(2-trifluor-metil-4-klór-fenoxi)-fenol,
4-(4-trifluor-metil-2-klór-fenoxi)-fenol,
4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenol,
30 4-(5-nitro-2-piridil-oxi)-fenol,
4-(4-nitro-fenoxi)-fenol,
4-(4-bróm-2-klór-fenoxi)-fenol.

Az a) reakcióvázlát szerinti (III) általános képletű kiindulási anyagok például a következők lehetnek:

35 2-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát,
2-benzil-oxi-etil-2-bróm-propionát,
3-benzil-oxi-propil-2-klór-propionát,
3-benzil-oxi-propil-2-bróm-propionát,
40 1-metil-2-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát,
1-metil-2-benzil-oxi-etil-2-bróm-propionát,
2- α -metil-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát,
2- α -metil-benzil-oxi-etil-2-bróm-propionát.

A találmány szerinti a) eljárást előnyösen valamely hígítószerben valósítjuk meg. Erre az összes ismert oldószer felhasználható. Ilyen oldószerek például: víz, alifás, aliciklusos és aromás szénhidrogének, valamint ezek klórozott származékai (így hexán, ciklohexán, petroléter, ligroin, benzol, toluol, xilol, metilén-klorid, kloroform, szén-tetraklorid, etilén-klorid, triklór-etilén és klór-benzol); éterek (így dietil-éter, metil-etil-éter, diizopropil-éter, dibutil-éter, propilén-oxid, dioxán és tetrahidrofurán); ketonok (így acetón, metil-etil-ke-ton, metil-izopropil-ke-ton és metil-izobutil-ke-ton); nitrilek (így acetónitril, propionitril, akril-nitril); alkoholok (így metil-alkohol, etil-alkohol, izopropanol, butanol és etilenglikol); észterek (így etil-acetát és amil-acetát); savamidok (így dimetil-formamid és dimetil-acet-amid); szulfonok és szulfoxidok (így dimetil-szulfoxid és szulfonán), végül bázisok (így piridin).

Az a) eljárást előnyösen savmegkötőszer jelenlétében valósítjuk meg. Ilyen savmegkötőszerekre példaként a hidroxidokat, karbonátokat, hidrogén-

65

karbonátokat, alkáli fémek alkoholátjait, továbbá tercier aminokat, így trietil-amint, dietil-anilint és piridint említjük.

Az a) eljárást megvalósíthatjuk tág hőmérséklet-tartományban: általában -20°C és a reakcióelegy forrási hőmérséklete közötti tartományban, előnyösen azonban 0°C és 100°C közötti hőmérsékleten dolgozunk, atmoszférikus nyomáson; alkalmazhatunk azonban magasabb és alacsonyabb nyomást is.

A b) eljárás (IV) általános képletű vegyületeire – mint kiindulási anyagokra – az alábbiakban sorolunk fel példákat:

2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionil-klorid,
2-[4-(2-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionil-klorid,
2-[4-(4-fluor-fenoxi)-fenoxi]-propionil-klorid,
2-[4-(2,4-diklór-fenoxi)-fenoxi]-propionil-klorid,
2-[4-(2-klór-4-nitro-fenoxi)-fenoxi]-propionil-klorid,
2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid.

A továbbiakban az (V) általános képletű vegyületekre sorolunk fel példákat:

2-benzil-oxi-etanol,
3-benzil-oxi-propanol,
1-benzil-oxi-2-propanol,
2- α -metil-benzil-oxi-etanol,
2-(2-fluor-benzil-oxi)-etanol,
2-(4-fluor-benzil-oxi)-etanol,
2-(2-klór-benzil-oxi)-etanol,
2-(4-klór-benzil-oxi)-etanol,
2-(2,4-diklór-benzil-oxi)-etanol,
2-(3,4-diklór-benzil-oxi)-etanol,
2-(2,6-diklór-benzil-oxi)-etanol.

A b) eljárás megvalósításakor előnyösen az a) reakcióváltozatnál említett oldószereket vagy hígítószereket használjuk, hogy a végterméket nagyobb tisztaságban és nagyobb kitermeléssel kapjuk meg. A b) reakcióváltozatnál – az a) reakcióváltozathoz hasonlóan – savmegkötőszert használunk.

A b) eljárás esetében az alkalmazott hőmérséklet-tartomány és nyomás hasonló az a) reakcióváltozatnál említettekhez.

A c) eljárás kiindulási anyagaiként például az alábbi, (VI) általános képletű vegyületeket használjuk:

2-trifluor-metil-fenil-klorid,
4-trifluor-metil-fenil-klorid,
4-fluor-fenil-klorid,
2,4-diklór-fenil-klorid,
2-klór-4-nitro-fenil-klorid,
4-klór-2-trifluor-metil-fenil-klorid,
2-klór-4-trifluor-metil-fenil-klorid,
3,5-diklór-2-piridil-klorid.

A következő (VII) általános képletű vegyületek szintén a c) eljárás kiinduló anyagai:

2-benzil-oxi-etil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát,
3-benzil-oxi-propil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát,
1-metil-2-benzil-oxi-etil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát.

2- α -metil-benzil-oxi-etil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát,
2-(2-fluor-benzil-oxi)-etil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát.

5 A c) eljárás megvalósításakor előnyösen az a) eljárással kapcsolatban már megadott oldószereket használjuk, így a végterméket nagy tisztasággal és kedvező hozammal kapjuk. A c) eljárás esetében – hasonlóan az a) eljáráshoz – savmegkötőszert használunk.

A c) eljárás reakcióparaméterei (nyomás és hőmérséklet) az a) eljárással kapcsolatban már megadottakkal egyeznek.

15 A d) eljárás értelmében a (III) általános képletű vegyületek előállításánál kiindulási anyagként használt (VIII) általános képletű vegyületekre példaként a

2-bróm-propionil-bromidot és a
2-klór-propionil-kloridot említjük.

20 A szintén a (III) általános képletű vegyületek előállításához kiindulási anyagként használt (IX) általános képletű vegyületek például az alábbiak:

2-benzil-oxi-etanol,
2-benzil-oxi-propanol,
25 1-metil-2-benzil-oxi-etanol,
2- α -metil-benzil-oxi-etanol,
2-(2-klór-benzil-oxi)-etanol,
2-(3-klór-benzil-oxi)-etanol,
2-(4-klór-benzil-oxi)-etanol,
30 2-(2,4-diklór-benzil-oxi)-etanol,
2-(2,6-diklór-benzil-oxi)-etanol,
2-(3,4-diklór-benzil-oxi)-etanol,
2-(2-metil-benzil-oxi)-etanol.

Amennyiben 2-bróm-propionil-bromidból és 2-benzil-oxi-etanolból indulunk ki, a reakció a D) reakcióvázlat szerint megy végbe.

A (III) általános képletű vegyületek előállításához előnyösen az a) reakcióváltozatnál ismertetett oldó- és hígítószereket használjuk, így a nagy tisztaságú végterméket jó hozammal kapjuk.

40 Ezt a reakciót is előnyösen az a) reakcióváltozatnál előbb ismertetett savmegkötőszert jelenlétében valósítjuk meg.

A reakcióhőmérsékletet és a nyomást az a) eljárásnál megadott tartományon belül tartjuk.

Az e) eljárás értelmében alkalmazható (VII) általános képletű vegyületek előállításánál úgy járunk el, hogy hidrokinnont valamely (III) általános képletű vegyülettel – a képletben

50 R^1 , R^2 , X, a, n és Z^1 jelentése a fenti – reagáltunk.

A kiindulási anyagként használt (III) általános képletű vegyületekre az a) eljárásnál alkalmazható előnyös kiindulási anyagoknál már adtunk példát, előállításuk az előzőekben ismertetett módon történik.

55 Ha kiindulási anyagként hidrokinnont és 2-benzil-oxi-etil-2-bróm-propionátot használunk, akkor a (VII) általános képletű vegyületeket az E) reakcióvázlat szerint állítjuk elő.

60 A (VII) általános képletű vegyületek előállítása során előnyösen az a) reakcióváltozatnál korábban említett inert oldószert vagy hígítószert használjuk, ily módon a nagy tisztaságú végtermékeket jó hozammal kapjuk. A reakciót előnyösen az a) reak-

65

cióváltozatnál említett savmegkötőszer jelenlétében valósítjuk meg.

A hőmérséklet és nyomás tekintetében a reakció-körülményeket az a) reakcióváltozatnál az előzőekben ismertetetteknek megfelelően választjuk meg.

A találmány szerinti eljárással előállított (I) általános képletű vegyületek kiváló szelektív herbicid hatásúak a fűféle gyomnövények kikelése előtti és az azt követő talajkezelésnél.

Mint hogy a találmány szerinti eljárással előállított aktív vegyületek a melegvérű állatokkal szemben csak kevéssé vagy egyáltalán nem mérgezőek, ugyanakkor a mezőgazdasági haszonnövényeket is alig károsítják, előnyösen használhatók növényvédőszerként a gyomnövények irtására.

A találmány szerinti eljárással előállított hatóanyagok a növények növekedését befolyásolják, ennek megfelelően lombtalanító, leégetőszerként, a széleslevelű növényeket elpusztító szerként, csírázást gátló szerként, főként pedig gyomnövények megsemmisítésére használhatók. A gyomnövény fogalom alatt a szó legtágabb jelentése szerint azokat a növényeket értjük, amelyek olyan helyen nőnek, ahol nem kívánatosak.

A találmány szerinti eljárással előállított vegyületek teljes vagy szelektív herbicid hatása főként az alkalmazott mennyiségtől függ.

A találmány szerinti eljárással előállított vegyületek például az alábbi növények ellen használhatók:

Kétszikű gyomnövények, így a *Sinapis*, *Leipidium*, *Galium*, *Stellaria*, *Matricaria*, *Anthemis*, *Galinsoga*, *Chenopodium*, *Urtica*, *Senecio*, *Amaranthus*, *Portulaca*, *Xanthium*, *Convolvulus*, *Ipomoea*, *Polygonum*, *Sesbania*, *Ambrosia*, *Cirsium*, *Carduus*, *Sonchus*, *Rorippa*, *Rotala*, *Lindernia*, *Lamium*, *Veronica*, *Abutilon*, *Emex*, *Datura*, *Viola*, *Galeopsis*, *Papaver*, *Centaurea* és *Solanum* nemhez tartozók, továbbá egyszikű gyomnövények, így az *Echinochloa*, *Setaria*, *Panicum*, *Digitaria*, *Phleum*, *Poa*, *Festuca*, *Eleusine*, *Brachiaria*, *Lolium*, *Bromus*, *Avena*, *Cyperus*, *Sorghum*, *Agropyron*, *Cynodon*, *Monochoria*, *Fimbristylis*, *Sagittaria*, *Eleocharis*, *Scirpus*, *Paspalum*, *Ischaemum*, *Sphenoclea*, *Dactyloctenium*, *Agrostis*, *Alopecurus* és *Apera* nemhez tartozók ellen.

A találmány szerinti eljárással előállított vegyületek szelektív herbicidekként például az alábbi növénykultúrákban használhatók:

- Kétszikű kultúrákban, például *Gossypium*, *Glycine*, *Beta*, *Daucus*, *Phaseolus*, *Pisum*, *Solanum*, *Linum*, *Ipomoea*, *Vicia*, *Nicotiana*, *Lycopersicon*, *Arachis*, *Brassica*, *Lactuca*, *Cucumis* és *Cucurbita* nemhez tartoznak; továbbá

- egyszikű kultúrákban, például *Oryza*, *Zea*, *Triticum*, *Hordeum*, *Avena*, *Secale*, *Sorghum*, *Panicum*, *Saccharum*, *Ananas*, *Asparagus* és *Allium* nemhez tartoznak.

A találmány szerinti eljárással előállított aktív vegyületek alkalmazása azonban semmi esetre sem korlátozódik a fenti nemekhez tartozó növényekre, hanem hasonlóan hatásosnak mutatkozik egyéb növényekkel szemben is.

A koncentrációtól függően ezek a vegyületek alkalmasak a gyomnövények teljes kipusztítására

is, így felhasználhatók ipari területek, vasúti pályák, fásított vagy fa nélküli terek, valamint utak gyomtalanítására. A vegyületek használhatók a gyomnövények pusztítására mind az évelő kultúrákban – így erdőkben, díszfaültetvényekben, gyümölcsösökben, szőlőkben, citrus-, dió-, banán-, kávé-, tea-, gumi-, olajpálma- és kakaóültetvényekben, komlóföldeken –, mind az egynyári kultúrákban.

10 A találmány szerinti eljárással előállított aktív vegyületek főként az alábbi gyomnövények ellen alkalmazhatók:

Echinochloa crus-galli,
Digitaria ascendens,

15 *Eleusine indica*,

Setaria viridis,

Avena fatua

Alopecurus aequalis,

Setaria lutescens,

20 *Agropyron regens* vagy

Agropyron tsukushiense.

Ezen kívül kiemelkedő herbicid hatást fejtenek ki a már kinőtt elpusztítandó növényekre, például a következőkre:

25 *Sorghum halepense* vagy

Cinodum dactylon.

A hatóanyagok a szokásos készítményekké, így oldatokká, emulziókká, nedvesíthető porokká, szuszpenziókká, porozószerrekké, oldható porokká, granulátumokká, szuszpenzió- vagy emulziókoncentrátumokká, a hatóanyaggal impregnált természetes és mesterséges anyagokká, továbbá apró polimer kapszulákba zárt preparátumokká alakíthatók. Ezeket a készítményeket ismert módon állítjuk elő, például úgy, hogy a hatóanyagot folyékony vagy szilárd hígítószerekkel vagy hordozóanyagokkal összekeverjük, továbbá adott esetben felületaktív anyagokat, így emulgeátorokat és/vagy diszpergálószerreket és/vagy habképző szereket adunk hozzá; amennyiben hordozóként vizet használunk, akkor kiegészítő oldószerként szerves oldószert is adagolhatunk.

A folyékony hígítószerek vagy hordozóanyagok, valamint oldószerek főként aromás szénhidrogének, például xilol, toluol vagy alkil-naftalin, klórozott aromás vagy klórozott alifás szénhidrogének, így klór-benzol, klór-etilén vagy metilén-klorid, alifás vagy aliciklusos szénhidrogének, pl. ciklohexán vagy paraffinok, ásványolaj-frakciók, alkoholok így butanol vagy glikol, továbbá ezek éterei és észterei, ketonok, pl. aceton, metil-etil-ke-ton, metil-izobutil-ke-ton vagy ciklohexanon, végül erősen poláris oldószerek, így dimetil-formamid vagy dimetil-szulfoxid és víz lehetnek.

55 Szilárd hordozóanyagként használhatunk örölt természetes ásványokat így kaolint, agyagot, talkumot, kretát, kvarcot, attapulgitot, montmorillonitot vagy diatomaföldet, továbbá örölt szintetikus szerves anyagokat, így nagydiszperzitású kova-savat, alumínium-oxidot és szilikátokat. Szilárd hordozóanyagok granulátumok esetén lehetnek örölt és frakcionált természetes kőzetek, így kalcit, márvány, horzsakő, szepiolit vagy dolomit; a szintetikus granulátumok lehetnek szerves vagy szerves eredetű porokból, továbbá használhatunk

65

még különféle szerves anyagokat, így fűrészport, kókuszdióhéjat, dohányszárat vagy kukoricacsutkát.

Az emulgeátorok és/vagy habképző anyagok lehetnek nemionos vagy anionos emulgeátorok, pl. poli(oxi-etilén)-zsírsav-észterek, poli(oxi-etilén)-zsíralkohol-éterek, így alkil-aril-poliglikol-éter, alkil-szulfonátok és aril-szulfonátok, valamint albumin-hidrolizátumok. A diszpergálószer lehetnek pl. lignin-szulfid-szennylúgok és metil-cellulóz.

A készítményekben tapadóanyagok is használhatók, így karboxi-metil-cellulóz, továbbá por, granulátum vagy tatek alakú természetes és szintetikus polimerizátumok, pl. gumiarábikum, poli(vinil-alkohol) és poli(vinil-acetát).

Adagolhatunk a készítményhez színezőanyagokat is, így szerves pigmenteket, pl. vas-oxidot, titán-oxidot, berlini kéket, szerves színezékeket, pl. alizarin-színezékeket, azo-színezékeket, fém-ftalocianin-színezékeket, továbbá tápanyag-nyomelemeket, így vas-, mangán-, bór-, réz-, kobalt-, molibdén- és cinksókat.

A készítmények hatóanyag-tartalma általában 0,001 és 70 t%, előnyösen 0,005 és 65 t% között van.

A hatóanyag-készítmények vagy az azokból további hígítással előállított felhasználási formák oldatok, szuszpenziók, emulziók, porok, paszták és granulátumok lehetnek. Ezeket a szokásos módon, pl. öntözéssel, porlasztással, porozással vagy szórással alkalmazhatjuk.

A felhasználásra kész készítményben az aktív vegyületek mennyisége a körülményeknek megfelelően széles tartományon belül változhat. Általában 0,01 és 70 t%, előnyösen 0,05 és 60 t% között van.

A hatóanyagok a növények kikelése előtt vagy azt követően is használhatók, sőt a vetés előtt a talajba is bedolgozhatók.

A felhasznált hatóanyag-mennyiségek széles tartományban változtathatók, lényegében a kívánt hatástól függően. A területre vonatkoztatott hatóanyagmennyiség 0,01 és 2 kg/ha, előnyösen 0,05 és 1 kg/ha közötti.

A találmány vonatkozik továbbá olyan herbicid készítményekre, amelyek hatóanyagként a találmány szerinti eljárással előállított vegyületet tartalmaznak cseppfolyós vagy szilárd hígítószerezrel vagy hordozóanyaggal és felületaktív anyaggal keverve.

A találmány szerinti készítmény célja a hasznos növények védelme a gyomnövényekkel szemben. A készítményt a meghatározott talajfelületre közvetlenül a növény kikelése előtt és/vagy a kikelést követően hordjuk fel. A találmány szerinti készítmény segítségével a szokásos módon termesztett hasznos növények termésátlaga növelhető.

A találmány szerinti készítményekre az alábbiakban adunk példát. Ezekben a példákban a találmány szerinti eljárással előállított vegyületeket a megfelelő előállítási példa sorszámaival (zárójelben megadva) jelöljük meg. A kész megnevezés mindig tömegrészt, az „arány” mindig tömegarányt jelent!

I. példa

15 rész (1) vegyület, 80 rész porított diatomaföld és agyag 1 : 5 arányú keverékét, 2 rész nátrium-alkil-benzol-szulfonátot és 3 rész nátrium-alkil-naftalin-szulfonát/formaldehid-kondenzátumot porrá törünk és nedvesíthető porrá keverünk. A felhasználás előtt a nedvesíthető port vízzel hígítjuk.

II. példa

15 30 rész (11) vegyületet, 55 rész xilolt, 8 rész poli-oxi-etilén-alkil-fenil-étert és 7 rész kalcium-alkil-benzol-szulfonátot keveréssel elegyítünk, így emulgeálható koncentrátumot kapunk. A felhasználás előtt az emulgeálható koncentrátumot vízzel hígítjuk.

III. példa

25 2 rész (12) vegyületet és 98 rész agyagport porítunk és összekeverünk, így porozószeret kapunk.

IV. példa

30 1,5 rész (13) vegyületet, 0,5 rész izopropil-hidrogén-foszfátot (PAP) és 98 rész agyagport porrá törünk és porozószerre összekeverünk.

V. példa

35 10 rész (14) vegyületből, 30 rész bentonitből (montmorillonit) 58 rész talkumból és 2 rész lignin-szulfonát sóból álló keverékhez 25 rész vizet adunk és a keveréket jól átkeverjük. A kapott anyagot granuláló extuderrel 0,43–2,0 mm (10–40 mesh) szemcseméretű granulátummá alakítjuk, majd 40–50°-on szárítjuk.

VI. példa

50 95 rész 0,2–2 mm részecskeméretű agyagásványt forgókeverőbe táplálunk, majd forgás közben a keverőben lévő anyagra 5 rész xilolban oldott (2) vegyületet szórunk. A szemcséket 40–50 °C-on szárítjuk és kapjuk a kívánt granulátumot.

55 A találmány szerinti eljárással előállított (I) általános képletű vegyületek herbicid hatását a következő biológiai vizsgálatokkal kívánjuk igazolni. A példákban a vegyületeket a megfelelő előállítási példa sorszámaival (zárójelben megadva) jelöljük meg.

60 Az ismert összehasonlító vegyületek az 51–106 735. sz. japán közrebocsátási iratban ismertetett (A–1) és (A–2), az 52–131 545. sz. japán közrebocsátási iratban ismertetett (B–1), az 52–144 637. sz. japán közrebocsátási iratban ismertetett (C–1) és az 54–119 476. sz. japán közrebocsátási iratban ismertetett (D–1) képletű vegyületek.

VII. példa

Nedvesíthető por

Az 58. példa szerinti hatóanyag 50 tömegrészét 1 tömegrész dibutil-naftalin-szulfonát, 4 tömegrész lignin-szulfonát, 8 tömegrész nagydiszperzítású kovasav és 36 tömegrész örölt mézskő elegyével összekeverjük, és az elegyet finom porrá őröljük. Alkalmazás előtt annyi vizet adunk a készítményhez, hogy a kívánt hatóanyag-koncentráció létrejöjjön.

VIII. példa

Nedvesíthető por

A 68. példa szerinti hatóanyag 60 tömegrészét 0,7 tömegrész dibutil-naftalin-szulfonát, 3,3 tömegrész lignin-szulfonát, 7 tömegrész nagydiszperzítású kovasav és 29 tömegrész örölt kőpor keverékével összekeverjük, és az elegyet finom porrá őröljük. Alkalmazás előtt annyi vizet adunk a készítményhez, hogy a kívánt hatóanyag-koncentráció létrejöjjön.

A) példa

A kikelés előtti kezelés hatásának vizsgálata magasabb fekvésű területeken növény- és hasznónövények esetén.

Általános előírás a teszt-készítmények előállítására:

Oldószer: 5 tömegrész aceton.

Emulgeátor: 1 tömegrész benzil-oxi-poliglikol-éter.

Egy tömegrész hatóanyagot összekeverünk a fenti megadott mennyiségű oldószerrel és emulgeátorral, és a kapott koncentrátumot vízzel az egyes példákban megadott koncentrációra hígítjuk.

Összehasonlító vizsgálati eljárás

1000 cm² felületű edényekbe termőföldet teszünk, majd *Arachis*, *Pisum*, *Gossypium* és *Glycine* magokat vetünk bele, ezután *Agropyron repens*, *Echinochloa crus-galli* és *Setaria lutescens* magokkal kevert talajjal 1 cm vastag rétegben befedjük. A vetés után a fenti módon előállított oldatok 10–10 ml-ét egyenletesen felvisszük a talaj felületi

rétegére. Az oldatok hatóanyag-tartalma rendre 500 ppm, 200 ppm, 100 ppm és 50 ppm.

A kezelés után 1 nappal értékeljük a herbicid hatást és a fitotoxicitás mértékét 0-tól 10-ig. Az értéksort a következő táblázat szemlélteti. (A herbicid hatást a nem kezelt növényekhez viszonyítva határozzuk meg.)

Érték	A gyomnövény elpusztításának mértéke (a nem kezelt gyomnövényekhez viszonyítva)
10	100% (elszáradt)
9	legalább 90%, de kevesebb mint 100%
8	legalább 80%, de kevesebb mint 90%
7	legalább 70%, de kevesebb mint 80%
6	legalább 60%, de kevesebb mint 70%
5	legalább 50%, de kevesebb mint 60%
4	legalább 40%, de kevesebb mint 50%

Érték	A gyomnövény elpusztításának mértéke (a nem kezelt gyomnövényekhez viszonyítva)
3	legalább 30%, de kevesebb mint 40%
2	legalább 20%, de kevesebb mint 30%
1	legalább 10%, de kevesebb mint 20%
0	kevesebb mint 10% (hatástalan)

A hasznónövényekkel szembeni fitotoxicitást a kezeletlen összehasonlító növényekhez viszonyítjuk az alábbiak szerint:

Érték	A fitotoxicitás mértéke (a kezeletlen összehasonlító növényekhez viszonyítva)
10	legalább 90% (kipusztult)
9	legalább 80%, de kevesebb mint 90%
8	legalább 70%, de kevesebb mint 80%
7	legalább 60%, de kevesebb mint 70%
6	legalább 50%, de kevesebb mint 60%
5	legalább 40%, de kevesebb mint 50%
4	legalább 30%, de kevesebb mint 40%
3	legalább 20%, de kevesebb mint 30%
2	legalább 10%, de kevesebb mint 20%
1	több mint 0%, de kevesebb mint 10%
0	0% (nincs fitotoxicitás)

A vizsgálati eredményeket az 1. táblázatban ismertetjük. Az a g szimbólumok jelentése a következő:

a:	<i>Agropyron repens</i>
b:	<i>Echinochloa crus-galli</i>
c:	<i>Setaria lutescens</i>
d:	<i>Arachis</i>
e:	<i>Pisum</i>
f:	<i>Gossypium</i>
g:	<i>Glycine</i>

1. táblázat

A vegyület sorszama	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás Gyomnövények				Fitotoxicitás Haszonnövények		
		a	b	c	d	e	f	g
1	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	8	9	10	0	0	0	0
	0,05	6	7	9	0	0	0	0
3	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	8	9	10	0	0	0	0
	0,05	6	7	9	0	0	0	0
4	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	8	9	9	0	0	0	0
	0,05	6	7	8	0	0	0	0
36	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	9	10	0	0	0	0
	0,1	8	8	9	0	0	0	0
	0,05	6	7	8	0	0	0	0
37	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	8	9	10	0	0	0	0
	0,05	7	8	9	0	0	0	0
38	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	8	9	10	0	0	0	0
	0,05	7	8	10	0	0	0	0
39	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	9	9	10	0	0	0	0
	0,05	8	8	9	0	0	0	0
29	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	10	10	10	0	0	0	0
	0,05	9	10	10	0	0	0	0
44	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	9	9	10	0	0	0	0
	0,05	8	7	9	0	0	0	0
14	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	8	8	9	0	0	0	0
	0,05	6	6	8	0	0	0	0
58	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	8	8	9	0	0	0	0
	0,05	6	6	8	0	0	0	0
63	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	10	10	10	0	0	0	0
	0,05	9	9	9	0	0	0	0
64	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	9	9	9	0	0	0	0
	0,05	8	8	9	0	0	0	0
65	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	9	9	9	0	0	0	0
	0,05	8	9	9	0	0	0	0
20	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	9	9	9	0	0	0	0
	0,05	8	8	9	0	0	0	0
22	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	9	9	9	0	0	0	0
	0,05	8	8	9	0	0	0	0
24	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	10	10	10	0	0	0	0
	0,1	9	9	9	0	0	0	0
	0,05	8	8	8	0	0	0	0
72	0,5	10	10	10	0	0	0	0
	0,2	9	10	9	0	0	0	0
	0,1	8	9	9	0	0	0	0
	0,05	7	8	8	0	0	0	0

1. táblázat folytatása

A vegyület sorszáma	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás Gyomnövények				Fitotoxicitás Haszonnövények			
		a	b	c	d	e	f	g	
74	0,5	10	10	10	0	0	0	0	
	0,2	10	10	10	0	0	0	0	
	0,1	9	9	9	0	0	0	0	
	0,05	8	9	9	0	0	0	0	
Összehasonlító vegyület	0,5	7	9	9	0	0	0	0	
	0,2	5	7	8	0	0	0	0	
A-1	0,1	2	5	6	0	0	0	0	
	0,05	0	2	4	0	0	0	0	
Összehasonlító vegyület	0,5	9	10	10	0	0	0	0	
	0,2	7	8	8	0	0	0	0	
B-1	0,1	3	6	7	0	0	0	0	
	0,05	0	3	4	0	0	0	0	

B) példa

A lombkezelés hatása a magasabb területeken fekvő gyom- és haszonnövényekre:

2000 cm² felületű edényekbe termőföldet teszünk, majd Glycine, Rephenus és Beta magokat vetünk bele, ezután Echinochloa crus-galli, Digitaria adscendens, Eleusine indica, Setaria viridis, Avena fatua és Alopecurus aequalis magokkal kevert 1 cm vastag talajréteggel befedjük. A vetést követő 10. napon (ekkor a gyomnövények átlagosan 2 leveles állapotban, a Glycine, Rephanus és Beta pedig a szabályos levélnövekedési szakasz kezdeti szakaszában vannak) az 1. összehasonlító példa szerint előállított oldatok 20–20 ml-ét a vizsgálandó növények leveleire egyenletesen felvisszük. Az oldatok

20 hatóanyag-tartalma rendre 500 ppm, 200 ppm, 100 ppm és 50 ppm.

Három héttel a kezelés után az A) példában leírtaknak megfelelően értékeljük a herbicid hatást és a fitotoxicitás mértékét.

25 Az összehasonlító vizsgálat eredményét a 2. táblázatban tüntetjük fel. A táblázatban szereplő h–p szimbólumok az alábbi gyom- és haszonnövényeket jelölik:

h: Echinochloa crus-galli

i: Digitaria adscendens

30 j: Eleusine indica

k: Setaria viridis

l: Avena fatua

m: Alopecurus aequalis

35 n: Glycine

o: Rephanus

p: Beta

2. táblázat

A vegyület sorszáma	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás Gyomnövények				Fitotoxicitás Haszonnövények				
		h	i	j	k	l	m	n	o	p
1	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
2	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
3	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
4	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	9	9	9	9	10	0	0	0
	0,05	9	9	9	9	8	9	0	0	0
37	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
38	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
39	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0

II. táblázat folytatása

A vegyület sorszáma	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás Gyomnövények						Fitotoxicitás Haszonnövények		
		h	i	j	k	l	m	n	o	p
29	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
41	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
42	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	9	9	8	9	0	0	0
	0,05	9	9	8	8	7	8	0	0	0
44	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	9	9	9	9	0	0	0
48	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	9	9	10	0	0	0
	0,05	9	10	9	8	7	9	0	0	0
49	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	9	9	8	10	0	0	0
	0,05	9	9	8	8	7	9	0	0	0
50	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
51	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	9	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	10	10	0	0	0
52	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	10	10	9	10	0	0	0
55	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	9	9	9	9	0	0	0
57	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	9	9	9	10	0	0	0
	0,05	9	9	8	8	8	9	0	0	0
58	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	9	9	9	9	10	0	0	0
	0,05	9	8	8	9	7	9	0	0	0
59	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	9	10	9	9	9	0	0	0
16	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	10	10	9	9	9	10	0	0	0
60	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	9	10	9	9	9	0	0	0
	0,05	9	7	9	9	8	9	0	0	0
61	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	9	9	9	9	9	10	0	0	0
	0,05	9	8	8	8	8	9	0	0	0
63	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	9	10	10	9	9	0	0	0
	0,05	9	8	9	9	9	9	0	0	0
17	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	9	10	10	10	10	0	0	0
	0,05	9	8	9	9	9	9	0	0	0
64	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0
	0,1	10	9	10	10	10	9	0	0	0
	0,05	10	8	9	9	9	9	0	0	0

II. táblázat folytatása

A vegyület sorszám	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás Gyomnövények						Fitotoxicitás Haszonnövények			
		h	i	j	k	l	m	n	o	p	
65	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	8	10	10	9	9	0	0	0	
	0,05	9	7	9	9	8	8	0	0	0	
67	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	8	10	9	9	9	0	0	0	
	0,05	9	7	9	9	8	8	0	0	0	
68	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	9	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	9	0	0	0	
20	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	9	0	0	0	
21	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	10	0	0	0	
70	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	9	10	10	10	0	0	0	
	0,05	9	9	9	9	9	9	0	0	0	
71	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	9	9	10	9	9	0	0	0	
	0,05	9	9	9	9	9	9	0	0	0	
24	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	10	0	0	0	
25	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	10	0	0	0	
72	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	10	0	0	0	
27	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	10	10	10	9	9	0	0	0	
73	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	9	10	9	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	9	0	0	0	
23	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	9	0	0	0	
76	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	9	0	0	0	
78	0,5	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,2	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,1	10	10	10	10	10	10	0	0	0	
	0,05	10	9	9	9	9	9	0	0	0	
Összehasonlító vegyület A-2	0,05	10	9	9	9	9	9	0	0	0	
	0,5	10	10	10	10	9	10	0	0	0	
C-1	0,2	9	10	9	9	7	10	0	0	0	
	0,1	7	8	6	7	5	8	0	0	0	
	0,05	5	5	5	6	4	6	0	0	0	
	0,5	10	10	9	10	9	10	0	0	0	
	0,2	10	9	6	9	6	9	0	0	0	
0,1	7	5	3	6	3	6	0	0	0		
0,05	3	2	1	3	1	3	0	0	0		

C) példa

Az Agropyron tsukushiense utósarjadása elleni hatékonyság és a herbicid hatás vizsgálata:

Agropyron tsukushiense csomók által benőtt rizsföldeket 1 m²-es parcellákra osztunk. Az 1. összehasonlító példában ismertetettek szerint előállított oldat 100–100 ml-ét a parcellákon lévő Agropyron tsukushiense lombjára egyenletesen felviszszük. Az oldatok hatóanyag-koncentrációja rendre 1000 ppm, 500 ppm, 200 ppm és 100 ppm. A kezelés után 20 nappal az A) példában leírttal azonos módon kiértékeljük a herbicid hatást. A kezelés után 40 és 60 nappal értékeljük az Agropyron tsukushiense utósarjadása elleni hatékonyságot az alábbi táblázatban megadott osztályozás szerint:

Érték	Az utósarjadás elleni hatékonyság mértéke (a kezeltellen ellenőrző mintákhoz viszonyítva)
10	100% (az utósarjadás teljes megszüntetése)
9	legalább 90%, de kevesebb mint 100%
8	legalább 80%, de kevesebb mint 90%
7	legalább 70%, de kevesebb mint 80%
6	legalább 60%, de kevesebb mint 70%
5	legalább 50%, de kevesebb mint 60%
4	legalább 40%, de kevesebb mint 50%
3	legalább 30%, de kevesebb mint 40%
2	legalább 20%, de kevesebb mint 30%
1	legalább 10%, de kevesebb mint 20%
0	kevesebb mint 10% (nincs az utósarjadást megszüntető hatás)

3. táblázat

A vegyület sorszáma	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás 20 nappal a kezelés után	Az utósarjadás elleni hatékonyság	
			a kezelés után 40 nappal	a kezelés után 60 nappal
1	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
	0,2	10	10	10
	0,1	9	8	7
29	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
	0,2	10	10	10
	0,1	9	8	7
58	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
	0,2	10	10	9
	0,1	10	9	8
20	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
	0,2	10	10	10
	0,1	9	9	8
21	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
	0,2	10	10	10
	0,1	9	8	8
24	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
	0,2	10	10	10
	0,1	9	8	7

3. táblázat folytatása

A vegyület sorszáma	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás 20 nappal a kezelés után	Az utósarjadás elleni hatékonyság	
			a kezelés után 40 nappal	a kezelés után 60 nappal
5	74	1,0	10	10
		0,5	10	10
		0,2	10	10
		0,1	9	9
10	77	1,0	10	10
		0,5	10	10
		0,2	10	10
		0,1	9	8
15	Összehasonlító vegyület	1,0	10	10
		0,5	7	6
		0,2	4	3
		0,1	1	0
20	B-1	0,1	1	0
	Összehasonlító vegyület	1,0	10	7
		0,5	9	7
		0,2	6	3
	D-1	0,1	3	0

D) példa

A herbicid hatás és az utósarjadás elleni hatékonyság vizsgálata Cynodon dactylon esetében:

Cynodon dactylon csomók által benőtt magasabban fekvő földeket 1 m²-es parcellákra osztunk. A hatóanyagot a C) példában leírt módon a Cynodon dactylon ellen alkalmazzuk.

A kezelés után 20 nappal a herbicid hatást, a kezelés után 40 és 60 nappal pedig az utósarjadás elleni hatékonyságot értékeljük az előző A)–C) példákban ismertetettek szerint.

Az összehasonlító vizsgálat eredményét a 4. táblázatban tüntetjük fel.

4. táblázat

A vegyület sorszáma	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicid hatás 20 nappal a kezelés után	Az utósarjadás elleni hatékonyság	
			a kezelés után 40 nappal	a kezelés után 60 nappal
40	1	1,0	10	10
		0,5	10	10
		0,2	10	10
		0,1	8	7
45	2	1,0	10	10
		0,5	10	10
		0,2	10	10
		0,1	10	8
50	4	1,0	10	10
		0,5	10	10
		0,2	10	10
		0,1	9	8
55	37	1,0	10	10
		0,5	10	10
		0,2	10	10
		0,1	9	8
60	20	1,0	10	10
		0,5	10	10
		0,2	10	9
		0,1	9	7

A vegyület sorszáma	A hatóanyag mennyisége kg/ha	Herbicidek hatás 20 nappal a kezelés után	Az utósarjadás elleni hatékonyság a kezelés után	
			40 nappal	60 nappal
21	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
	0,2	10	9	8
75	0,1	9	8	7
	1,0	10	10	10
	0,5	10	10	10
79	0,2	10	9	8
	0,1	9	8	7
	1,0	10	10	10
Összehasonlító vegyület	0,5	10	10	10
	0,2	10	9	8
	0,1	9	7	6
B-1	1,0	10	9	5
	0,5	8	5	2
	0,2	5	2	0
Összehasonlító vegyület	0,1	4	0	0
	1,0	10	10	7
	0,5	9	7	5
D-1	0,2	7	3	0
	0,1	5	1	0

Megállapítható, hogy az A–D példákban ismertettek kivül más vegyületek is az A)–D) példák szerinti kis mennyiségekben alkalmazva kiemelkedő herbicidek hatásával rendelkeznek, továbbá e vegyületek hosszabb időtartamon át jó pusztító hatást fejtenek ki az évelő fűféle gyomnövények regenerálódásával szemben.

Az alábbi példák a vegyületek találmány szerinti előállítási eljárását világítják meg közelebbről.

Előállítási példák

1. példa

2-Benzil-oxi-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát

25,4 g 4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenolt 150 ml száraz acetonitrilhez adunk, majd 28,7 g 2-benzil-oxi-etil-2-bróm-propionátot és 14,5 g vízmentes kalcium-karbonátot teszünk hozzá. A reakcióelegyet ezt követően 4 órán át jól átkeverjük, miközben visszafolyató hűtő alatt forrásban tartjuk. A reakció befejezése után az acetonitrilt csökkentett nyomáson ledesztilláljuk.

A maradékot toluollal hígítjuk, majd a toluolos fázist 1 t%-os vizes nátrium-hidroxid oldattal és vízzel mossuk. A toluolt csökkentett nyomáson lehajtjuk, így szintelen viszkózus folyadék alakban 41 g cím szerinti terméket kapunk.
 $n_D^{20} = 1,5300$.

2. példa

2-(4-Fluor-benzil-oxi)-etil-2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát

30,6 g 4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenol nátrium-sóját és 30,5 g 2-(4-fluor-benzil-oxi)-etil-2-klór-

propionátot 100 ml dimetil-formamidhoz adunk, majd a reakcióelegyet 3 órán át 70 és 80 °C közötti hőmérsékleten keverjük. Szobahőmérsékletre való hűtés után az oldatot 300 ml vízre öntjük, ezt követően étérrel extraháljuk. Az éteres fázist egymás után 1 t%-os vizes nátrium-hidroxid oldattal és vízzel mossuk, végül vízmentesítjük. Az éter lehajtása után 38 g halványsárga olajként kapjuk a cím szerinti terméket.

$n_D^{20} = 1,5643$.

3. példa

2-(2,6-Diklór-benzil-oxi)-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát

22,1 g 2-(2,6-diklór-benzil-oxi)-etanolt és 10,1 g trietil-amint 200 ml toluolban feloldunk, majd az oldatot 0 °C-ra hűtjük. Ehhez az oldathoz cseppenként 0 és 10 °C közötti hőmérsékleten 50 ml toluolban oldott 34,5 g 2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionil-kloridot adagolunk. A csepegtetés befejezése után a reakcióelegyet lassan melegítjük, a reakció végbemenetelét 1 óras 40 °C-on történő keveréssel biztosítjuk. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre lehűtjük, majd 1 t%-os vizes nátrium-hidroxid oldattal és vízzel mossuk, végül vízmentesítjük. A toluolt csökkentett nyomáson lehajtjuk, így szintelen viszkózus olajat kapunk, melyből kb. 1 hónapi állás után 49,2 g cím szerinti kristályos termékhez jutunk. Olvadáspont: 51–53 °C.

4. példa

1-Metil-2-benzil-oxi-etil-2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát

16,6 g 1-benzil-oxi-2-propanolt és 10,6 g trietil-amint 200 ml toluolban feloldunk, majd az oldatot 0 °C-ra lehűtjük. Ehhez állandó keverés közben 0 és 5 °C közötti hőmérsékleten 80 ml toluol és 34,7 g 2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid oldatát adagoljuk. A csepegtetés befejezése után a reakcióelegyet lassan hevítjük, és a reakció befejezése céljából 1 órán át 40 és 50 °C-on keverjük. Szobahőmérsékletre lehűtést követően 1 t%-os vizes nátrium-hidroxid oldattal és vízzel mossuk, majd szárítjuk. A toluolt csökkentett nyomáson lehajtjuk, így 43,3 g halványsárga viszkózus olaj formájában kapjuk a cím szerinti terméket.
 $n_D^{20} = 1,5710$.

5. példa

Az 1. vagy a 2. példában ismertettekhez hasonló módon kapjuk az alábbi táblázatban feltüntetett vegyületeket az ugyanott megjelölt kiindulási anyagokból.

A példa sorszáma	Kiindulási anyag	Kiindulási anyag	Termék
6	4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol	1-metil-2-(2-fluor-benzil-oxi)-etil-2-klór-propionát	1-metil-2-(2-fluor-benzil-oxi)-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát
7	4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol	3-(2-fluor-benzil-oxi)-propil-2-bróm-propionát	3-(2-fluor-benzil-oxi)-propil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5197$
8	4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-(3-klór-benzil-oxi)-etil-2-klór-propionát	2-(3-klór-benzil-oxi)-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5350$
9	4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-(2-bróm-benzil-oxi)-etil-2-klór-propionát	2-(2-bróm-benzil-oxi)-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5458$
10	4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-(4-metil-benzil-oxi)-etil-2-bróm-propionát	2-(4-metil-benzil-oxi)-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát
11	4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-(2-metoxi-benzil-oxi)-etil-2-bróm-propionát	2-(2-metoxi-benzil-oxi)-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát
12	4-(4-trifluor-metil-2-klór-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát	2-benzil-oxi-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-2-klór-fenoxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5385$
13	4-(4-bróm-2-klór-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát	2-benzil-oxi-etil-2-[4-(4-bróm-2-klór-fenoxi)-fenoxi]-propionát
14	4-(2-klór-ciano-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát	2-benzil-oxi-etil-2-[4-(2-klór-4-ciano-fenoxi)-fenoxi]-propionát
15	4-(2,6-diklór-4-trifluor-metil-fenoxi)-fenol nátrium sója	2-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát	2-benzil-oxi-etil-2-[4-(2,6-diklór-4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát
16	4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenol nátrium sója	1-metil-2- α -metil-benzil-oxi-etil-2-klór-propionát	1-metil-2- α -metil-benzil-oxi-etil-2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,568$
17	4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenol nátrium sója	3-(4-fluor-benzil-oxi)-propil-2-bróm-propionát	3-(4-fluor-benzil-oxi)-propil-2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát
18	4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenol nátrium sója	2-(3-klór-benzil-oxi)-etil-2-klór-propionát	2-(3-klór-benzil-oxi)-etil-2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5795$
19	4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenol nátrium sója	2-(4-metil-benzil-oxi)-etil-2-klór-propionát	2-(4-metil-benzil-oxi)-etil-2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát
20	2-benzil-oxi-etanol	2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid	2-benzil-oxi-etil-2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát Olvadáspont: 44-47 °C
21	2-(2-fluor-benzil-oxi)-etanol	2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid	2-(2-fluor-benzil-oxi)-etil-2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát Olvadáspont: 46-48,5 °C
22	2-(4-klór-benzil-oxi)-etanol	2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid	2-(4-klór-benzil-oxi)-etil-2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5350$
23	2-(4-metoxi-benzil-oxi)-etanol	2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-bromid	2-(4-metoxi-benzil-oxi)-etil-2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5335$
24	1-benzil-oxi-2-propanol	2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-bromid	1-metil-2-benzil-oxi-etil-2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5224$
25	3-benzil-oxi-propanol	2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid	3-benzil-oxi-propil-2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5245$
26	2-benzil-oxi-etanol	2-[4-(3-klór-5-nitro-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-bromid	2-benzil-oxi-etil-2-[4-(3-klór-5-nitro-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát
27	2-benzil-oxi-etanol	2-[4-(3-klór-5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid	2-benzil-oxi-etil-2-[4-(3-klór-5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát, $n_D^{20} = 1,5358$
28	2-(2-metoxi-benzil-oxi)-etanol	2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionil-klorid	2-(2-metoxi-benzil-oxi)-etil-2-[4-(3,5-diklór-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát

29. példa

2-(2-Fluor-benzil-oxi)-etil-2-[4-(4-trifluor-metil-fenoxi)-fenoxi]-propionát

33,4 g 2-(2-fluor-benzil-oxi)-etil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionátot 120 ml dimetil-formamidban feloldunk, majd 15,2 g kálium-karbonátot adunk hozzá. Ezt követően a reakcióelegyet keverés közben 1 órán át 95 °C-on tartjuk. Az oldathoz 27,1 g 4-trifluor-metil-klór-benzolt adagolunk, melyet ezután 5 órán át 95 és 100 °C között tartunk.

Lehűtés után szobahőmérsékletre a reakcióelegyet jeges vízre öntjük, majd toluóllal extraháljuk. A toluolos fázist 1%-os vizes nátrium-hidroxid oldattal és vízzel mossuk, szárítjuk, végül leszűrjük. A toluolt csökkentett nyomáson lehajtjuk, a további illékony melléktermékeket 100 °C-on 0,13 Pa (0,1 Hgmm) nyomáson távolítjuk el, így 20,6 g cím szerinti végterméket kapunk.

$n_D^{20} = 1,5235$.

20

30. példa

2-Benzil-oxi-etil-2-[4-(5-trifluor-metil-2-piridil-oxi)-fenoxi]-propionát

31,6 g 2-benzil-oxi-etil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionátot 100 ml dimetil-szulfoxidban feloldunk, majd 15,2 g kálium-karbonátot adunk hozzá. Ezt követően a reakcióelegyet állandó keverés mellett 1 órán át 90 °C hőmérsékleten tartjuk. Az oldathoz cseppenként 20,0 g 2-klór-5-trifluor-metil-piridint adagolunk, majd további 2 órán át 90 °C-on tartjuk. Lehűtés után szobahőmérsékletre a reakcióelegyet jeges vízre öntjük és éterrel extraháljuk. Az éteres fázist szárítjuk és szűrjük, végterméket kapunk (e vegyületet a 20. példa szerinti eljárással is előállíthatjuk), amelynek olvadáspontja 44–47 °C.

31–79. példa

Az 5. táblázatban felsorolt vegyületeket lényegében az 1–30. példák szerinti eljárással (a 40. példa esetében az 1–28. példák szerinti eljárással) kapjuk.

25

5. táblázat

A példa sorszáma	Ar	R ¹	R ²	n	Xa	Fizikai állandó
31	6-trifluor-metil-fenil	H	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5322$
32	4-fluor-fenil	H	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5518$
33	4,6-diklór-fenil	H	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5696$
34	4-nitro-fenil	H	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5805$
35	4-klór-6-trifluor-metil-fenil	H	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5397$
36	4-trifluor-metil-6-6-nitro-fenil	H	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5450$
37	4-trifluor-metil-fenil	H	H	2	H	$n_D^{20} = 1,5268$
38	4-trifluor-metil-fenil	—CH ₃	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5260$
39	4-trifluor-metil-fenil	H	—CH ₃	1	H	$n_D^{20} = 1,5266$
40	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	2—F	$n_D^{20} = 1,5235$
41	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	4—F	$n_D^{20} = 1,5214$
42	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	2—Cl	$n_D^{20} = 1,5360$
43	4-trifluor-metil-6-nitro-fenil	H	H	1	2—Cl	$n_D^{20} = 1,5550$
44	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	4—Cl	$n_D^{20} = 1,5360$
45	6-trifluor-metil-fenil	H	H	1	4—Cl	$n_D^{20} = 1,5380$
46	4-klór-6-trifluor-metil-fenil	H	H	1	4—Cl	$n_D^{20} = 1,5450$
47	4-fluor-fenil	H	H	1	4—Cl	$n_D^{20} = 1,5559$
48	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	2,4—Cl ₂	$n_D^{20} = 1,5422$
49	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	3,4—Cl ₂	$n_D^{20} = 1,5428$
50	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	2—CH ₃	$n_D^{20} = 1,5305$
51	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	3—NO ₂	$n_D^{20} = 1,5436$
52	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	4—OCH ₃	$n_D^{20} = 1,5343$
53	4-trifluor-metil-6-nitro-fenil	H	H	2	H	$n_D^{20} = 1,5440$
54	4-nitro-6-klór-fenil	H	H	1	4—Cl	$n_D^{20} = 1,5875$
55	4-trifluor-metil-fenil	H	H	1	4—Br	$n_D^{20} = 1,5450$
56	4-klór-6-metil-fenil	H	H	1	H	$n_D^{20} = 1,5650$
57	4-klór-6-metil-fenil	H	H	1	2—Cl	$n_D^{20} = 1,5718$
58	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	H	Op.: 59–61 °C
59	3,5-diklór-pirid-2-il	H	CH ₃	1	H	$n_D^{20} = 1,5715$
60	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	2	H	$n_D^{20} = 1,5721$
61	5-nitro-pirid-2-il	H	H	1	H	olaj
62	3-nitro-pirid-2-il	H	H	1	3—NO ₂	olaj
63	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	2—F	Op.: 54–57 °C
64	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	2—Cl	Op.: 64–66 °C
65	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	4—Cl	$n_D^{20} = 1,5803$

5. táblázat

A példa sorszáma	Ar	R ¹	R ²	n	X _a	Fizikai állandó
66	5-nitro-pirid-2-il	H	H	1	4-Cl	olaj
67	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	3-NO ₂	n _D ²⁰ = 1,5845
68	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	2-CH ₃	Op.: 83-85 °C
69	5-nitro-pirid-2-il	H	H	1	2,4-Cl	olaj
70	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	3,4-Cl ₂	n _D ²⁰ = 1,5900
71	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	2,6-Cl ₂	n _D ²⁰ = 1,5915
72	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	4-OCH ₃	n _D ²⁰ = 1,5735
73	3,5-diklór-pirid-2-il	H	H	1	4-Br	n _D ²⁰ = 1,5870
74	5-trifluor-metil-pirid-2-il	H	CH ₃	1	H	n _D ²⁰ = 1,5254
75	5-trifluor-metil-pirid-2-il	H	H	1	2-CH ₃	n _D ²⁰ = 1,5273
76	5-trifluor-metil-pirid-2-il	H	H	1	2-Cl	n _D ²⁰ = 1,5349
77	5-trifluor-metil-pirid-2-il	H	H	1	4-Br	n _D ²⁰ = 1,5440
78	5-trifluor-metil-pirid-2-il	H	H	1	3-NO ₂	n _D ²⁰ = 1,5428
79	5-trifluor-metil-pirid-2-il	H	H	1	2,4-Cl ₂	n _D ²⁰ = 1,5424

A (III) és (VII) általános képletű új közbenső termékek előállítását az alábbi példákkal ismertetjük közelebbről.

80. példa

2-Benzil-oxi-etil-2-bróm-propionát

(a (III) általános képletű vegyületek csoportjába tartozik)

15,2 g benzil-oxi-etanol és 10,6 g trietil-amint feloldunk 150 ml toluolban, majd az oldatot

20

- 5 °C-ra lehűtjük. 0 és 5 °C közötti hőmérsékleten cseppenként hozzáadunk 30 ml toluolban oldott 21,6 g 2-bróm-propionil-bromidot. A reakcióelegyet ezt követően 2 órán át szobahőmérsékleten állni hagyjuk, ezután 1 s %-os vizes nátrium-hidroxid oldattal és vízzel mossuk, majd a toluolos fázist szárítjuk és szűrjük. A toluolt csökkentett nyomáson lehajtjuk és 26,7 g cím szerinti terméket kapunk. n_D^{20,5} = 1,5182.

25

30

A 6. táblázatban felsorolt (III) általános képletű közbenső termékeket a fentiekhez hasonló módon kapjuk.

6. táblázat
(III) általános képletű vegyületek

Z ¹	R ¹	R ²	n	X _a	Fizikai állandó
Br	H	H	1	H	n _D ^{20,5} = 1,5182
Br	H	H	1	2-F	n _D ^{20,5} = 1,5038
Cl	H	H	1	4-F	n _D ^{20,5} = 1,5004
Br	H	H	1	4-F	n _D ^{20,5} = 1,5040
Br	H	H	1	4-Cl	n _D ^{20,5} = 1,5289
Cl	H	H	1	4-Br	n _D ^{20,5} = 1,5321
Br	H	H	1	4-Br	n _D ^{20,5} = 1,5434
Br	H	H	1	2-CH ₃	n _D ^{20,5} = 1,5186
Br	H	H	1	2-OCH ₃	n _D ^{20,5} = 1,5260
Br	H	H	1	3-NO ₂	n _D ^{20,5} = 1,5394
Br	H	H	1	2,4-Cl ₂	n _D ^{20,5} = 1,5395
Br	H	H	1	3,4-Cl ₂	n _D ^{20,5} = 1,5409
Cl	H	H	1	2,6-Cl ₂	n _D ^{20,5} = 1,5412
Br	CH ₃	H	1	H	n _D ^{20,5} = 1,5100
Br	H	CH ₃	1	H	n _D ^{20,5} = 1,5116
Br	H	H	2	H	n _D ^{20,5} = 1,5130
Br	H	H	1	4-OCH ₃	n _D ^{20,5} = 1,5250

81. példa

2-Benzil-oxi-etil-2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát
(a (VII) általános képletű vegyületek csoportjába tartozik)

12,1 g hidrokinnont 60 ml dimetil-formamidban feloldunk, ehhez lassú nitrogén áramoltatás mellett 31,7 g kálium-karbonátot adunk, majd a reakcióelegyet keverés közben 1 órán át 90–95 °C hőmérsékleten tartjuk. Hűtés után 60 °C-ra cseppenként 28,7 g 2-benzil-oxi-etil-2-bróm-propionátot adago-

lunk hozzá. A reakcióelegyet ezt követően szoba-hőmérsékletre hűtjük és jeges vízre öntjük, majd kémhatását pH 7-re beállítjuk és 100 ml toluóllal extraháljuk. A toluolos fázist szárítjuk és szűrjük, végül a toluolt csökkentett nyomáson lehajtjuk. 24,6 g színtelen olaj halmazállapotú cím szerinti terméket kapunk.

$$n_D^{21.5} = 1,5390.$$

A 7. táblázatban felsorolt (VII) általános képletű közbenső termékeket a fentiekhez hasonló módon kapjuk.

7. táblázat
(VII) általános képletű vegyületek

M	R ¹	R ²	n	X _a	Fizikai állandó
H	H	H	1	H	$n_D^{21.5} = 1,5390$
H	H	H	1	2-F	$n_D^{21.5} = 1,5260$
H	H	H	1	4-Cl	$n_D^{21.5} = 1,5473$
H	H	H	1	3,4-Cl ₂	$n_D^{21.5} = 1,5570$
H	CH ₃	H	1	H	$n_D^{20.5} = 1,5321$
H	H	CH ₃	1	H	$n_D^{20.5} = 1,5336$
H	H	H	2	H	$n_D^{21.5} = 1,5344$
H	H	H	1	4-OCH ₃	$n_D^{20.5} = 1,5422$

Szabadalmi igénypontok

1. Herbicid hatású készítmények, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként 0,001–70 t% mennyiségben (I) általános képletű aril-oxi-fenoxi-származékot tartalmaznak – a (I) általános képletben R¹ és R² jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, nitrocsoport, 1–4 szénatomos alkil- vagy alkoxi-csoport, a és n jelentése egymástól függetlenül 1 vagy 2 és Ar jelentése trifluor-metil-, nitro-, 1–4 szénatomos alkilcsoporttal vagy halogénatommal egyszeresen vagy kétszeresen szubsztituált fenil- vagy piridilcsoport –, szilárd hordozóanyagok, így ásványi kóporok, előnyösen örölt mészke vagy nagydiszperzitású kovasav, folyékony hordozóanyagok, előnyösen aromás szénhidrogének, így toluol, xilol; vagy ketonok, így acetone, vagy ásványi olajok és adott esetben felületaktív anyagok, így alkil-aril-poliglikol-éter, szulfonátok vagy polioxietilén mellett. (Elsőbbsége: 1981. 06. 25.)

2. Eljárás az 1. igénypont szerinti készítmények hatóanyagként alkalmazható (I) általános képletű fenoxi-fenoxi-propionát-származékok – a (I) általános képletben R¹ jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport; R² jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport; X jelentése hidrogén- vagy halogénatom, nitrocsoport, 1–4 szénatomos alkil- vagy alkoxycsoport; a jelentése 1 vagy 2, n jelentése 1 vagy 2; Ar jelentése trifluor-metil-, nitro- vagy 1–4 szénatomos alkilcsoporttal vagy halogénatommal egyszeresen vagy kétszeresen szubsztituált fenilcsoport – előállítására, azzal jellemezve, hogy

a) (II) általános képletű fenoxi-fenil-származékot

30 – a (II) általános képletben Ar jelentése a fenti és M jelentése hidrogénatom vagy alkálifématom – (III) általános képletű vegyülettel – a (III) általános képletben R¹, R², X, a és n jelentése a fenti és Z¹ halogénatomot jelent – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk, vagy

35 b) (IV) általános képletű fenoxi-fenoxi-vegyületet – a (IV) általános képletben Ar jelentése a fenti és Z² hidroxilcsoportot vagy halogénatomot jelent – (V) általános képletű vegyülettel – az (V) általános képletben R¹, R², X, a és n jelentése a fenti – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk,

40 c) (VI) általános képletű arihalogén-származékot – a (VI) általános képletben Ar és Z¹ jelentése a fenti – (VII) általános képletű vegyülettel – a (VII) általános képletben R¹, R², X, a és n jelentése a fenti, míg M hidrogén- vagy alkálifématomot jelent – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk. (Elsőbbsége: 1981. 06. 25.)

3. Eljárás a 2. igénypont szerinti készítmények hatóanyagaiként alkalmazható (I) általános képletű piridoxi-fenoxi-propionát-származékok előállítására – a (I) általános képletben R¹ és R² jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport; X jelentése hidrogénatom, halogénatom, nitrocsoport, 1–4 szénatomos alkil- vagy alkoxycsoport; a és n jelentése egymástól függetlenül 1 vagy 2; és Ar jelentése trifluor-metilcsoporttal szubsztituált piridilcsoport – előállítására, azzal jellemezve, hogy

55 a) (II) általános képletű piridoxi-származékot – a (II) általános képletben Ar jelentése a fenti és M hidrogén- vagy alkálifématomot képvisel – (III)

általános képletű vegyülettel – a (III) általános képletben R^1 , R^2 , X, a és n jelentése a fenti és Z^1 halogénatomot jelent – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk, vagy

b) (IV) általános képletű piridoxi-származékot – a (IV) általános képletben Ar jelentése a fenti, míg Z^2 hidroxilcsoportot vagy halogénatomot jelent – (V) általános képletű vegyülettel – a (V) általános képletben R^1 , R^2 , X, a és n jelentése a fenti – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk. (Elsőbbsége: 1981. 09. 16.)

4. Eljárás az 1–3. igénypont bármelyike szerinti készítmény hatóanyagaként alkalmazható (I) általános képletű fenoxi-propionát-származékok előállítására – a (I) általános képletben R^1 és R^2 jelentése egymástól független hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport; X jelentése halogénatom-, nitro-, 1–4 szénatomos alkil- vagy 1–4 szénatomos alkoxycsoport; a és n jelentése egymástól független 1 vagy 2 és Ar jelentése trifluor-metil-, nitro- vagy 1–4 szénatomos alkilcsoporttal vagy halogénatommal egyszeresen vagy kétszeresen szubsztituált fenil- vagy piridilcsoport – *azzal jellemezve, hogy*

a) (II) általános képletű ariloxi-fenoxi-származékot – a (II) általános képletben Ar jelentése a fenti és M hidrogén- vagy alkálifématomot jelent – (III) általános képletű vegyülettel – a (III) általános képletben R^1 , R^2 , X, a és n jelentése a fenti, míg Z^1 jelentése halogénatom – adott esetben savmegkötő-

szer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk, vagy

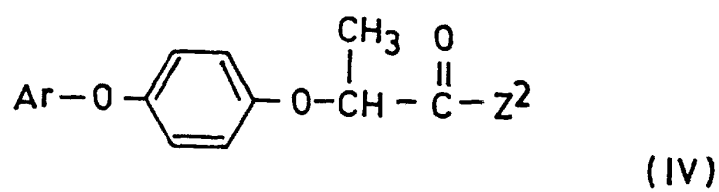
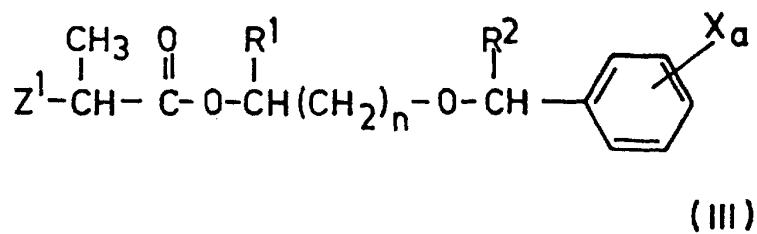
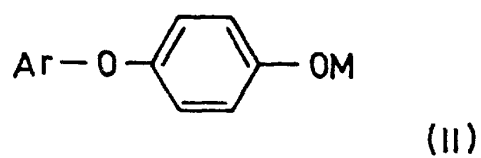
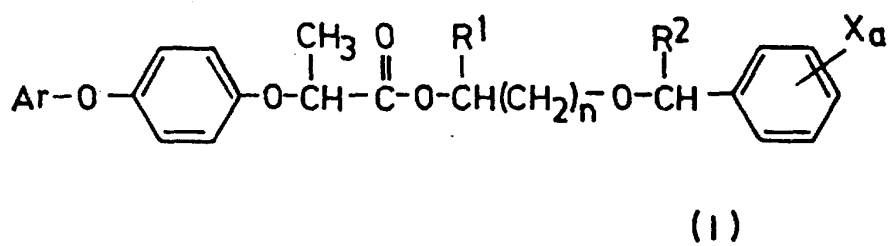
b) (IV) általános képletű aril-oxi-fenoxi-származékot – a (IV) általános képletben Ar jelentése a fenti, míg Z^2 jelentése hidroxilcsoport vagy halogénatom – (V) általános képletű vegyülettel – a (V) általános képletben R^1 , R^2 , X, a és n jelentése a fenti – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk, vagy

c) (VI) általános képletű ari-halogén-vegyületet – a (VI) általános képletben Ar és Z^1 jelentése a fenti – e (VII) általános képletű vegyülettel a (VII) általános képletben R^1 , R^2 , X, a és n jelentése a fenti, míg M hidrogén- vagy alkálifématomot jelent – adott esetben savmegkötőszer és adott esetben hígítószer jelenlétében reagáltatunk, vagy

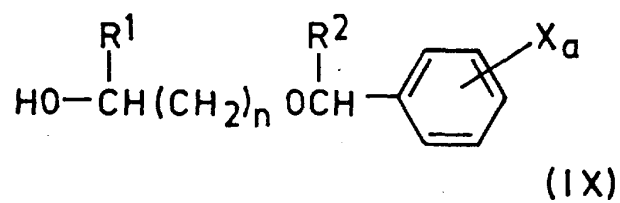
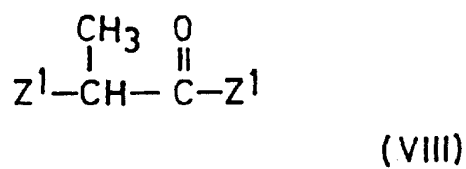
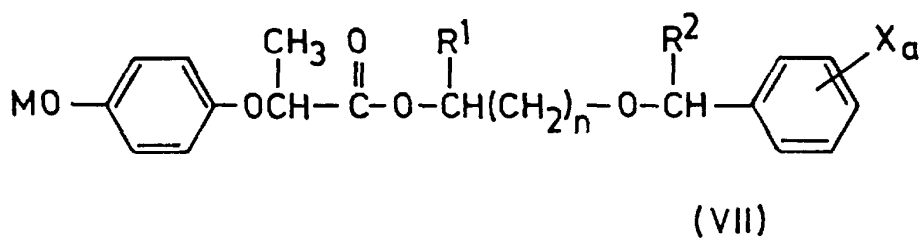
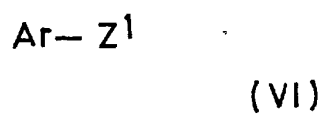
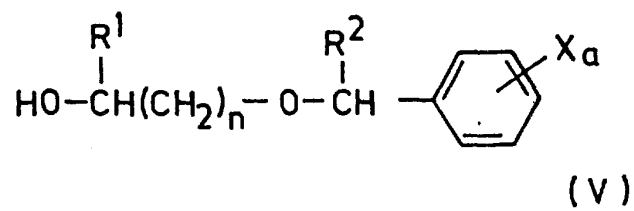
d) (VIII) általános képletű 2-halogén-propionil-halogenidet – a (VIII) általános képletben Z^1 jelentése a fenti – (IX) általános képletű vegyülettel – a (IX) általános képletben R^1 , R^2 , X, a és n jelentése a fenti – reagáltatunk, majd a kapott (III) általános képletű 2-halogén-propionát-származékot az a) eljárás szerint tovább reagáltatjuk (I) általános képletű vegyületté, vagy

e) (III) általános képletű vegyületet – a (III) általános képletben R^1 , R^2 , X, a és n, valamint Z^1 jelentése a fenti – hidrokinnal reagáltatunk és a kapott (VII) általános képletű 2-(4-hidroxi-fenoxi)-propionát-származékot a c) eljárás szerint tovább reagáltatjuk (I) általános képletű vegyületté. (Elsőbbsége: 1982. 06. 25.)

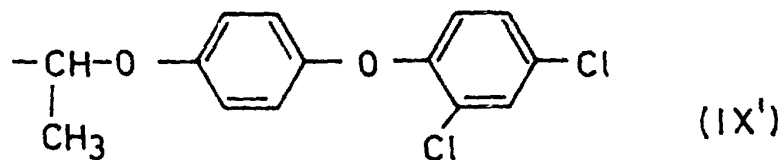
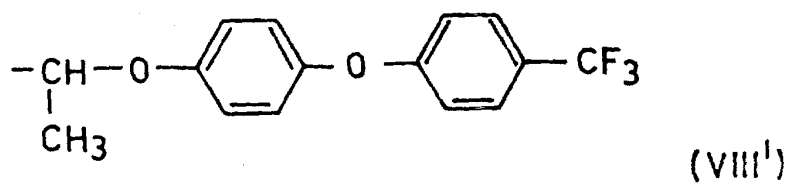
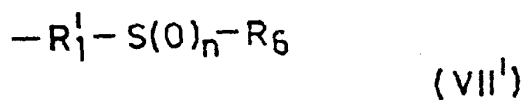
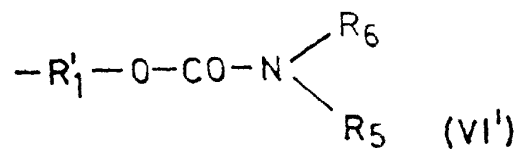
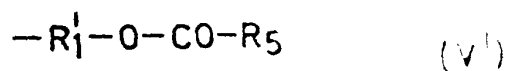
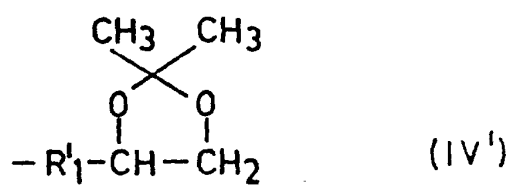
NSZO₄: A 01 N 39/02;
 A 01 N 31/14;
 C 07 C 43/257



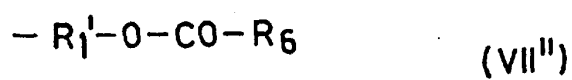
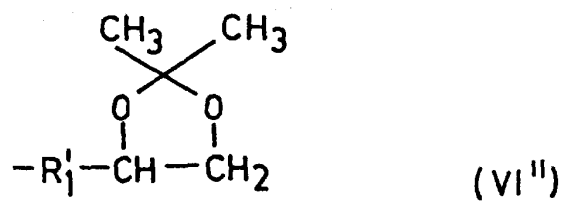
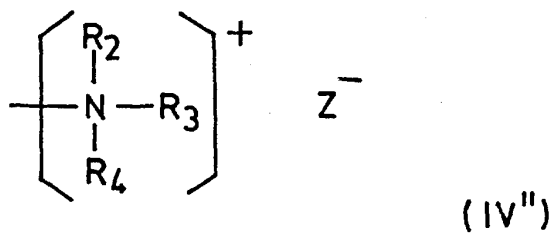
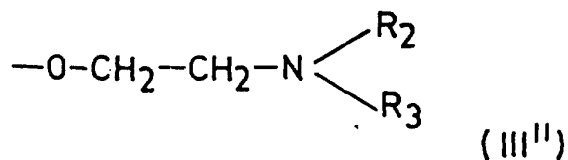
NSZO₄: A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257



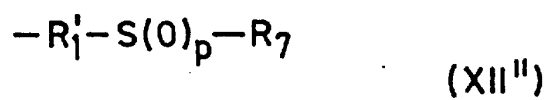
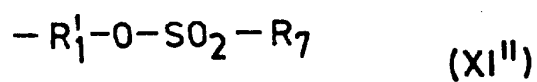
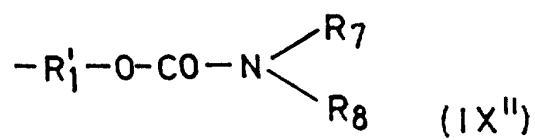
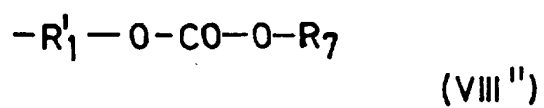
NSZO₄: A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257



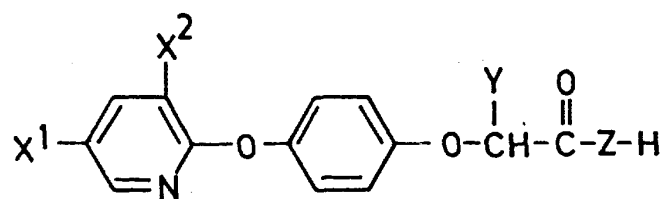
NSZO₄: A 01 N 39/02;
 A 01 N 31/14;
 C 07 C 43/257



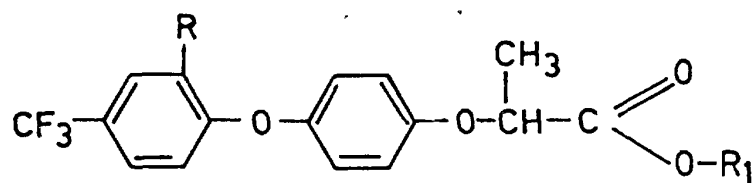
NSZO₄: A 01 N 39/02;
 A 01 N 31/14;
 C 07 C 43/257



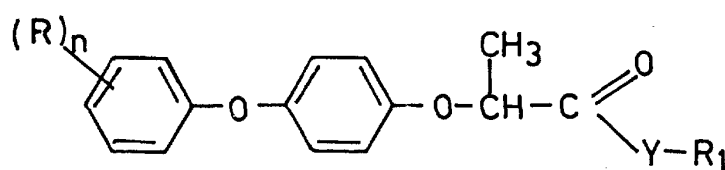
NSZO₄: A 01 N 39/02;
 A 01 N 31/14;
 C 07 C 43/257



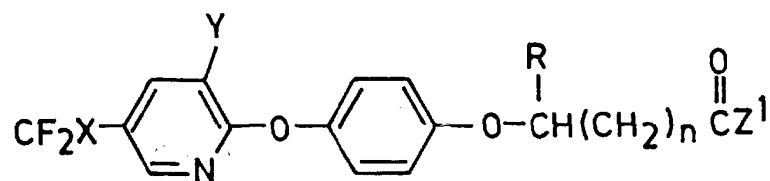
(A)



(B)

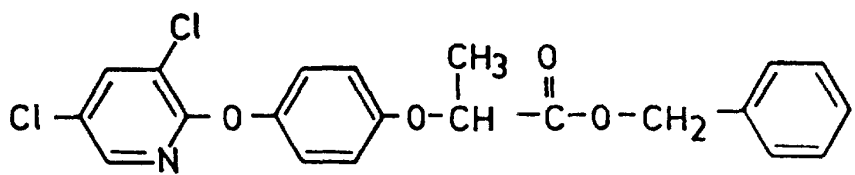


(C)

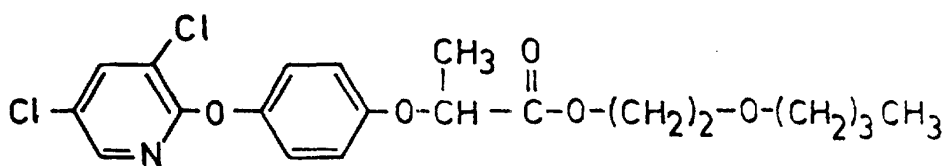


(D)

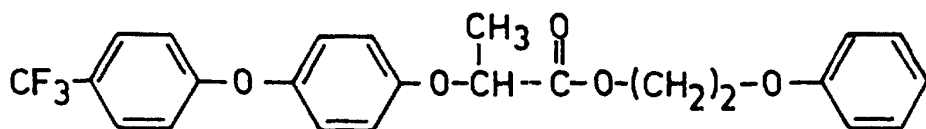
NSZO₄: A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257



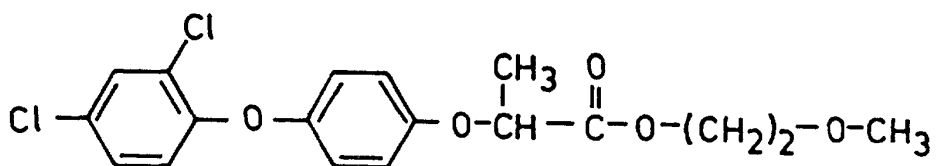
(A-1)



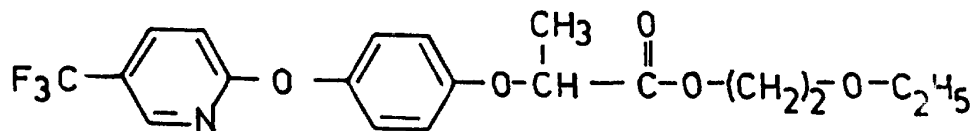
(A-2)



(B-1)

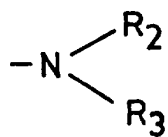


(C-1)

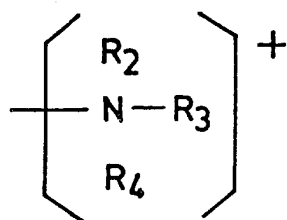


(D-1)

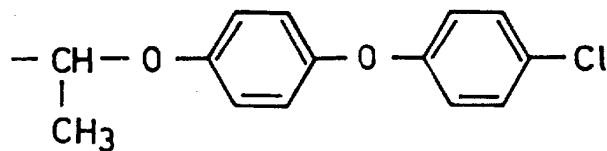
NSZO₄: A 01 N 39/02;
 A 01 N 31/14;
 C 07 C 43/257



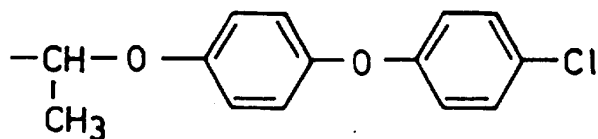
a)



b)

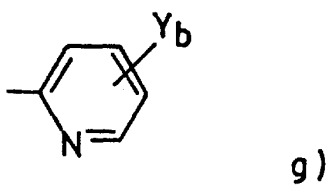
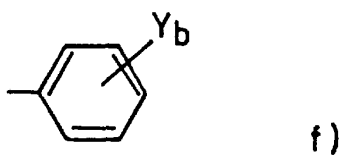
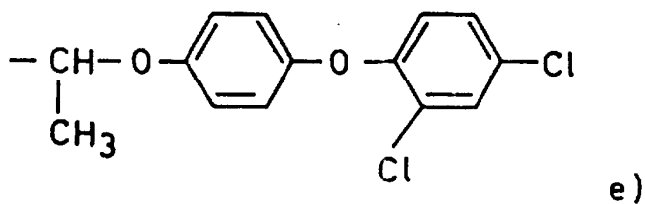


c)



d)

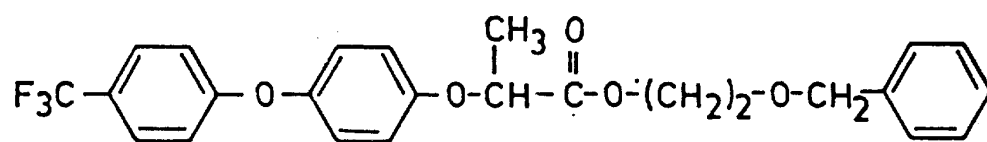
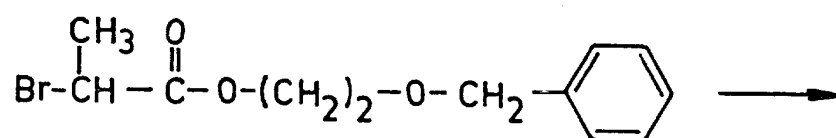
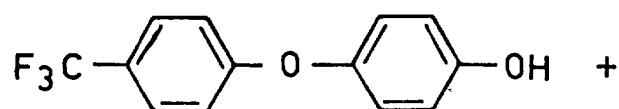
NSZO₄: A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257



189,596

NSZO₄: A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257

A reakcióvázlat

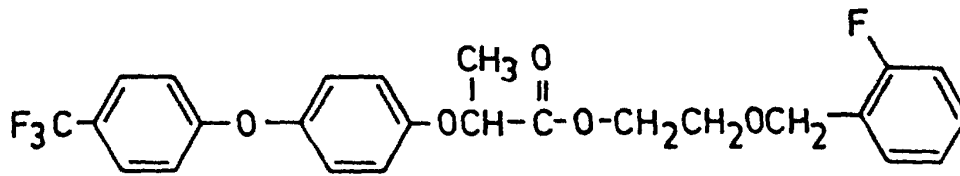
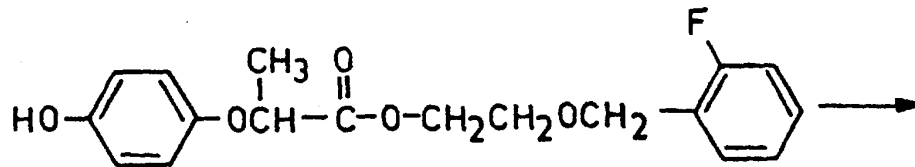
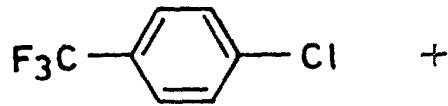


+ HBr

189,596

NSZO₄: A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257

C reakcióvázlat

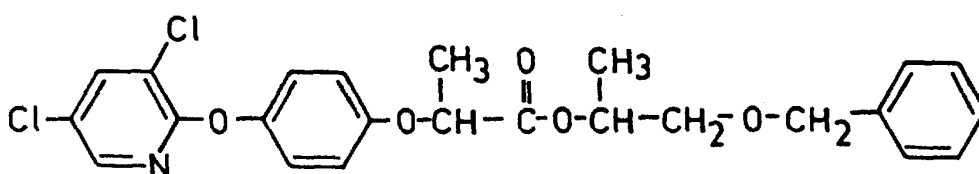
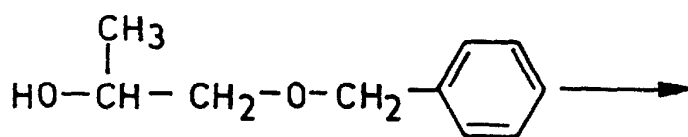
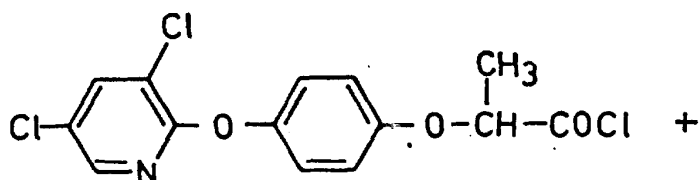


+ HCl

189 596

NSZO₄: A 01 N 39/02;
A 01 N 31/14;
C 07 C 43/257

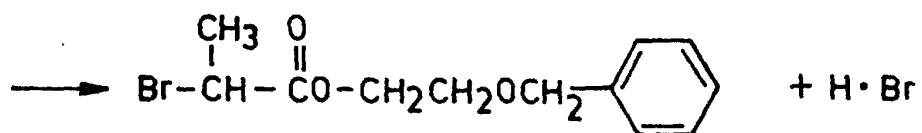
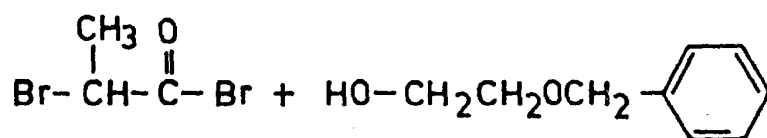
B reakcióvázlat



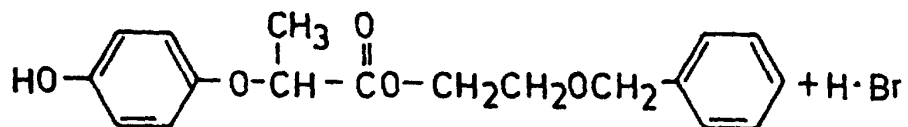
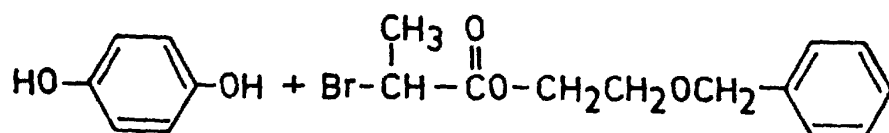
+ HCl

NSZO₄: A 01 N 39/02;
 A 01 N 31/14;
 C 07 C 43/257

D reakcióvázlat



E reakcióvázlat



60

Kiadja az Országos Találmányi Hivatal
A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető
Szedte a Nyomdaipari Fényszedő Üzem (878190/09)
88-1603 — Dabasi Nyomda, Budapest — Dabas
Felelős vezető: Bálint Csaba igazgató