

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

219925
(11) (B3)



ORAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 20 08 80

(21) (PV 5713-80)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 25 08 79
{108509/79} a od 22 04 80 {53206/80}
{Japonsko}

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 09 85

(51) Int. Cl.³
A 01 N 43/64
C 07 D 249/12

[72]

Autor vynálezu

KAJIOKA MITSURU, SAKAI, KURONO HITOSHI, TOYONAKA, OKAWA
KATSUMASA, KAWACHINAGANO, HARADA TATSUO, MITAKA
{Japonsko}

[73]

Majitel patentu

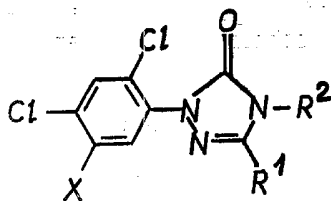
NIHON NOHYAKU CO., LTD., CHUO-KU {Japonsko}

(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby jeho účinné látky

1

2

Herbicidní prostředek, který obsahuje nové deriváty Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu, vyjádřené obecným vzorcem



(1)

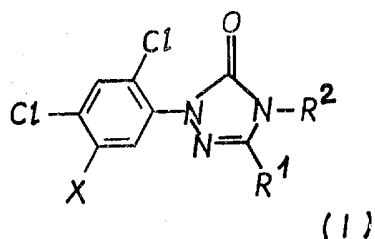
kde

R¹ znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

R² znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku a

X znamená hydroxyskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkyloxyskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkyloxyalkyloxyskupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a mají vždy 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxyskupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo alkyloxykarbonylalkyloxyskupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a každý alkyl obsahuje vždy 1 až 4 atomy uhlíku.

Tento vynález se týká herbicidního prostředku, který jako účinnou látku obsahuje derivát Δ^2 -1,2,4-thiazolin-5-onu a způsobu výroby této látky a jejich použití. Deriváty podle vynálezu představují obecný vzorec I



kde

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

R^2 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku a

X znamená hydroxyskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxykupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkyloxyalkoxykupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a mají vždy 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxyskupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo alkyloxykarbonylalkyloxyskupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a každý alkyl obsahuje vždy 1 až 4 atomy uhlíku.

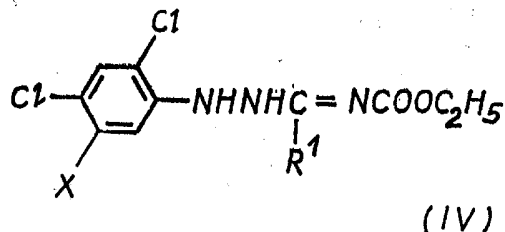
Ve shora uvedeném obecném vzorci I alkylová skupina s 1 až 4 atomy uhlíku ve významu R^1 nebo X, nebo stejná část v alkyloxyalkoxykupině a X stejná část v alkyloxykarbonylalkyloxyskupině X zahrnuje například metylovou, ethylovou, n-propylovou, iso-propylovou, n-butylovou, isobutylovou, sek.-butylovou a terc.-butylovou skupinu.

Alkylová skupina s 1 až 6 atomy uhlíku ve významu R^2 a stejná část alkyloxyskupiny X zahrnuje například metylovou, ethylovou, n-propylovou, isopropylovou, n-butylovou,

isobutylovou, sek.-butylovou, terc.-butylovou, n-pentylovou a n-hexylovou skupinu.

Alkenylová skupina se 2 až 4 atomy uhlíku ve významu R^2 a stejná část v alkenyloxyskupině X zahrnuje například 3-butenylovou, 2-butenylovou, 2-methylallylovou a allylovou skupinu.

Tento vynález se dále týká způsobu výroby účinné látky obecného vzorce I, který spočívá v tom, že se na sloučeninu obecného vzorce IV



kde

R^1 a X mají význam uvedený u obecného vzorce I, se působí bazí. Získá se sloučenina obecného vzorce I, kde R^2 znamená atom vodíku. Vzniklá sloučenina popřípadě dále reaguje se sloučeninou obecného vzorce X



kde

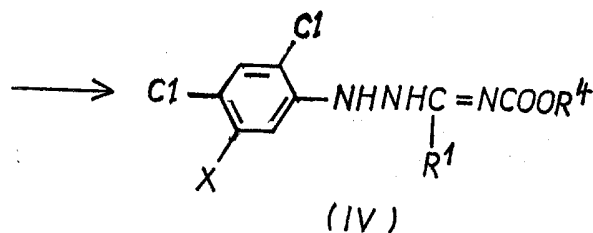
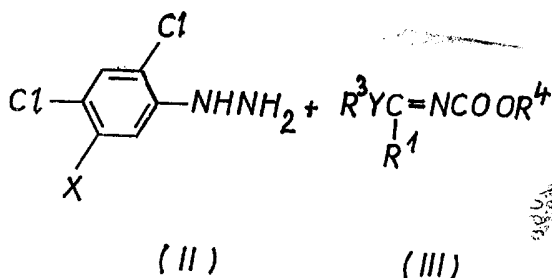
R^2 má význam uvedený u obecného vzorce I,

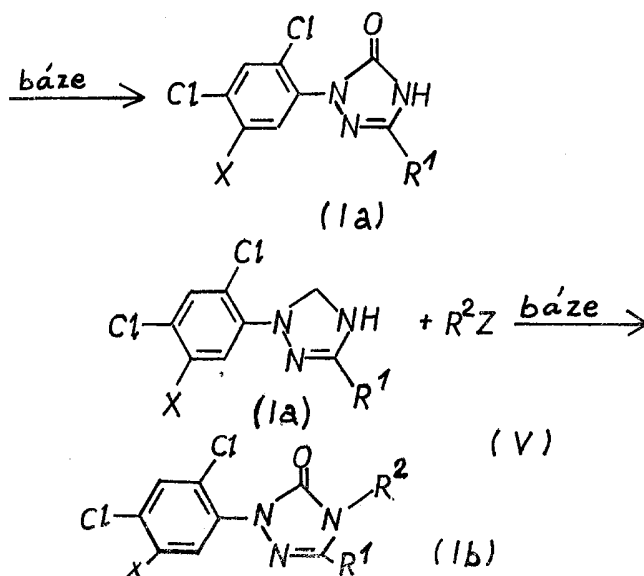
Z znamená atom halogenu. Získá se sloučenina obecného vzorce I.

Sloučeniny představované shora uvedeným obecným vzorcem I jsou zvláště vhodné jako herbicidy (mezi ně se také zahrnují algicidy, a toto použití se uvádí dále).

Tyto látky jsou nové sloučeniny, dosud nepopsané v literatuře. Jako příklady typických postupů jejich syntézy jsou v následující části uvedeny postupy A, B a C. Reakční způsoby jsou schematicky uvedeny dále.

Postup A:





kde

R¹ a X mají význam uvedený výše,

R² znamená alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku,

R³ a R⁴, které jsou stejné nebo navzájem odlišné, značí vždy metylovou nebo ethylovou skupinu,

Y znamená atom kyslíku nebo síry a

Z znamená atom halogenu.

Tak jedna ze sloučenin obecného vzorce I sloučenina Ia se může získat reakcí sloučeniny obecného vzorce II se sloučeninou obecného vzorce III v inertním rozpouštědle, načež se výsledná sloučenina obecného vzorce IV, která byla izolována nebo izolována nebyla, podrobí v přítomnosti báze uzavření kruhu. Dále se sloučenina obecného vzorce Ib, jedna ze sloučenin představovaných obecným vzorcem I, může získat reakcí sloučeniny obecného vzorce Ia se sloučeninou obecného vzorce V v přítomnosti báze.

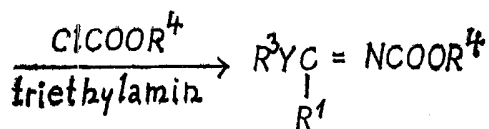
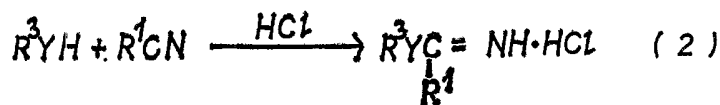
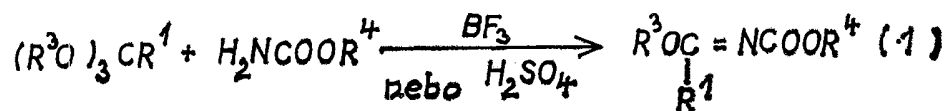
Jako inertní rozpouštědlo se může použít libovolné rozpouštědlo, které nenarušuje vážně tento typ reakce. Například je možné používat aromatických uhlovodíků, jako benzenu, toluenu a xylenu, etherů, jako ethyletherů, tetrahydrofuranu, dioxanu, alkoholů, jako methanolu, ethanolu, propanolu a ethylenglykolu, ketonů, jako acetonu, me-

thylethylketonu a cyklohexanonu, esterů nižších alifatických kyselin, jako ethylacetátu, amidů nižších alifatických kyselin, jako dimethylformamidů a dimethylacetamidů, vody a dimethylsulfoxidu. Tato rozpouštědla se mohou používat buď samotná nebo v jejich vzájemných kombinacích.

Báze, které se mohou používat při shora uvedených reakcích, zahrnují anorganické zásady, například uhličitan sodný, uhličitan draselný, hydrogenuhličitan sodný, hydrogenuhličitan draselný, hydroxid sodný, hydroxid draselný a alkoxyd alkalických kovů, a organické báze, jako například pyridin, trimethylamin, triethylamin, diethylanilin a 1,8-diazabicyklo-(5,4,0)-7-undecen.

V případě reakce sloučeniny obecného vzorce V se sloučeninou obecného vzorce Ia se může také použít dvoufázové reakce mezi vrstvou vodného roztoku obsahujícího zásadu, jako hydroxid sodný a vrstvou organického rozpouštědla v přítomnosti katalyzátoru fázového přenosu, jako triethylbenzylamoniumchloridu. Sloučenina obecného vzorce Ib se může tím syntetizovat v dobrém výtěžku.

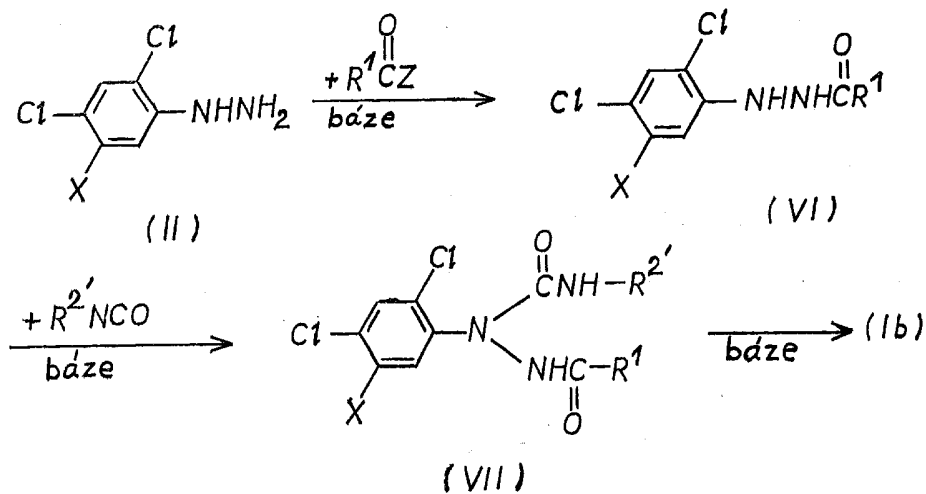
Sloučenina obecného vzorce III se může například získat reakcemi, které vyjadřují tyto rovnice:



kde

R¹, R³, R⁴ a Y mají význam uvedený výše.

Postup B:



kde

R¹, R², X a Z mají význam uvedený výše.

Tak sloučenina obecného vzorce Ib se může získat reakcí sloučeniny obecného vzorce II s acylačním činidlem, například halogenidem kyseliny, v inertním rozpouštědle za přítomnosti báze a reakcí výsledné sloučeniny obecného vzorce VI s prostředkem zavádějícím karbamoylovou skupinu, například isokyanátem, a potom uzavřením kruhu.

Sloučenina obecného vzorce VII se také může získat reakcí sloučeniny obecného vzorce VI s fosgenem a potom reakcí s aminem obecného vzorce

R²NH₂,

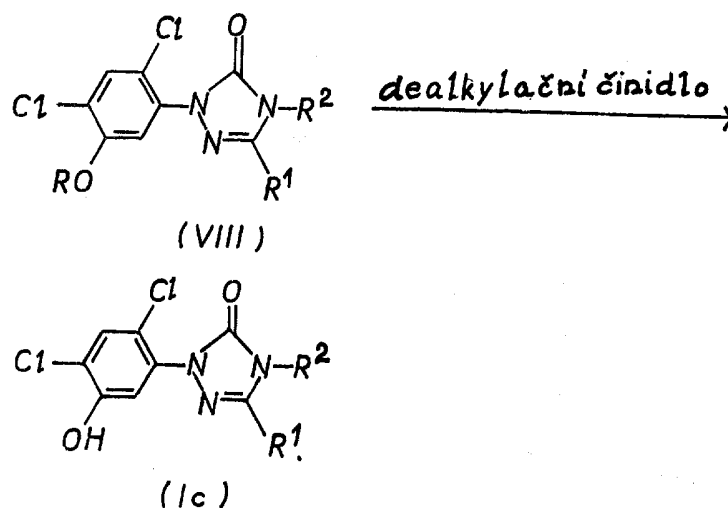
kde

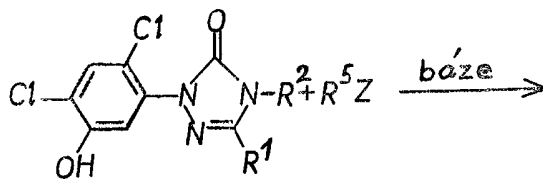
R² má význam uvedený výše.

Při tomto způsobu se následující reakce může provádět po izolaci sloučeniny obecného vzorce VI nebo VII nebo bez této izolace.

Jako inertní rozpouštědlo a jako báze se při tomto postupu mohou použít stejné materiály, jako jsou vyjmenované u postupu A. Jako báze použité k získání sloučeniny obecného vzorce VII ze sloučeniny obecného vzorce VI jsou zvláště vhodné organické báze uvedené u postupu A. Mezi zvláště vhodné zásady použitelné k získání sloučeniny obecného vzorce Ib ze sloučeniny obecného vzorce VII se zahrnuje hydroxid sodný, hydroxid draselný a alkoxidy alkalických kovů, jako alkoxid sodný a draselný.

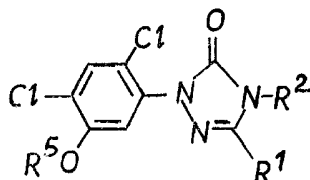
Postup C:





(Ic)

(IX)



(Id)

kde

R^1 , R^2 a Z mají význam uvedený výše.

R^5 znamená alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkyloxyalkylovou skupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo rozdílné a každý zbytek obsahuje vždy 1 až 4 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo alkykarbonylalkylovou skupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo rozdílné a každý alkyl obsahuje vždy 1 až 4 atomy uhlíku a

R znamená alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku.

Tak sloučenina obecného vzorce Ic, která je jednou ze sloučenin obecného vzorce I, se může získat reakcí sloučeniny obecného vzorce VIII s dealkylačním činidlem, prováděnou v inertním rozpouštědle.

Dále sloučenina obecného vzorce Id, která je jednou ze sloučenin obecného vzorce I, se může získat reakcí sloučeniny obecného vzorce Ic se sloučeninou obecného vzorce IX v inertním rozpouštědle v přítomnosti báze.

Jako příklady dealkylačního činidla použitelného při tomto postupu se mohou uvést kyselina bromovodíková, jodovodík, thioalkoxid, trimethylsilyljodid a chlorid boritý, ale dealkylační činidla nejsou omezena na

tyto sloučeniny a může se použít libovolného typu sloučeniny, která způsobuje tento typ dealkylace.

Jako inertní rozpouštědlo pro tuto reakci se může použít rozpouštědlo jmenované u postupu A. V případě reakce sloučeniny obecného vzorce Ic a sloučeniny obecného vzorce IX je vhodné provádět reakci v přítomnosti báze, třebaže reakce probíhá též v nepřítomnosti báze.

Jako báze pro tuto reakci se mohou použít báze vyjmenované u postupu A, avšak mezi nimi se dává přednost anorganickým zásadám.

Ve všech stupních těchto postupů se reakce mohou nechat probíhat v teplotním rozmezí, které je od teploty místnosti do 180 °C.

Každá reakce u těchto postupů se může provádět za použití reakčních složek v ekvimolárním poměru, ale není na závadu použít jednu z nich v malém přebytku. Po dokončení reakce se předmětný materiál může získat běžným zpracováním reakčního produktu. Předmětný materiál se může například z reakčního produktu získat extrakcí vhodným rozpouštědlem, promytím a sušením extraktu a odstraněním rozpouštědla.

Typické příklady sloučenin obecného vzorce I jsou uvedeny v tabulce 1.

Tabulka 1

Sloučenina

č.

X

R¹R²Teplota tání (°C)
nebo index lomu

1	CH ₃ O	CH ₃	CH ₃	teplota tání 170,4
2	CH ₃ O	CH ₃	C ₂ H ₅	teplota tání 132,2
3	CH ₃ O	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	n _D ²⁰ 1,5579
4	CH ₃ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁰ 1,5722
5	CH ₃ O	CH ₃	n-C ₄ H ₉	teplota tání 93,3
6	CH ₃ O	iso-C ₃ H ₇	H	teplota tání 192,0
7	CH ₃ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 137,0
8	CH ₃ O	iso-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	teplota tání 166,8
9	CH ₃ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 86,0
10	CH ₃ O	iso-C ₃ H ₇	n-C ₄ H ₉	teplota tání 47,9
11	CH ₃ O	terc.-C ₄ H ₉	CH ₃	teplota tání 152,1
12	C ₂ H ₅ O	CH ₃	H	teplota tání 226,3
13	C ₂ H ₅ O	CH ₃	CH ₃	teplota tání 133,2
14	C ₂ H ₅ O	CH ₃	C ₂ H ₅	teplota tání 66,6
15	C ₂ H ₅ O	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	n _D ²⁰ 1,5533
16	C ₂ H ₅ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 71,7
17	C ₂ H ₅ O	CH ₃	n-C ₄ H ₉	n _D ²⁰ 1,5500
18	C ₂ H ₅ O	iso-C ₃ H ₇	H	teplota tání 141,4
19	C ₂ H ₅ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 121,4
20	C ₂ H ₅ O	iso-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	teplota tání 110,0
21	C ₂ H ₅ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 77,8
22	C ₂ H ₅ O	terc.-C ₄ H ₉	CH ₃	teplota tání 104,7
23	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	H	teplota tání 165,7
24	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	CH ₃	teplota tání 115,4
25	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	C ₂ H ₅	teplota tání 68,1
26	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	n _D ²⁵ 1,5418
27	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁵ 1,5573
28	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	n-C ₄ H ₉	n _D ²⁵ 1,5432
29	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	iso-C ₄ H ₉	n _D ²² 1,5428
30	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	n-C ₅ H ₁₁	n _D ²² 1,5422
31	iso-C ₃ H ₇ O	CH ₃	n-C ₆ H ₁₃	n _D ²² 1,5395
32	iso-C ₃ H ₇ O	iso-C ₃ H ₇	H	teplota tání 115,6
33	iso-C ₃ H ₇ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 104,5

Sloučenina č.	X	R ¹	R ²	Teplota tání (°C) nebo index lomu
34	iso-C ₃ H ₇ O	iso-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	teplota tání 133,0
35	iso-C ₃ H ₇ O	iso-C ₃ H ₇	iso-C ₃ H ₇	teplota tání 143,5
36	iso-C ₃ H ₇ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 77,8
37	iso-C ₃ H ₇ O	iso-C ₃ H ₇	n-C ₄ H ₉	n _D ¹⁸ 1,5374
38	iso-C ₃ H ₇ O	terc.-C ₄ H ₉	CH ₃	teplota tání 112,5
39	CH ₂ =CH—CH ₂ O	CH ₃	H	teplota tání 189,3
40	CH ₂ =CH—CH ₂ O	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁰ 1,5745
41	CH ₂ =CH—CH ₂ O	CH ₃	C ₂ H ₅	n _D ²⁰ 1,5663
42	CH ₂ =CH—CH ₂ O	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	teplota tání 72,2
43	CH ₂ =CH—CH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁰ 1,5730
44	CH ₂ =CH—CH ₂ O	CH ₃	n-C ₄ H ₉	n _D ²⁰ 1,5597
45	CH ₂ =CH—CH ₂ O	iso-C ₃ H ₇	H	teplota tání 123,5
46	CH ₂ =CH—CH ₂ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 76,4
47	CH ₂ =CH—CH ₂ O	iso-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	teplota tání 90,7
48	CH ₂ =CH—CH ₂ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 59,0
49	CH ₂ =CH—CH ₂ O	terc.-C ₄ H ₉	CH ₃	teplota tání 91,4
50	sek.-C ₄ H ₉ O	CH ₃	C ₂ H ₅	n _D ²² 1,5522
51	sek.-C ₄ H ₉ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁴ 1,5552
52	iso-C ₄ H ₉ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁴ 1,5528
53	n-C ₅ H ₁₁ O	CH ₃	C ₂ H ₅	teplota tání 67,1
54	n-C ₅ H ₁₁ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²² 1,5536
55	n-C ₆ H ₁₃ O	CH ₃	C ₂ H ₅	n _D ²² 1,5455
56	n-C ₆ H ₁₃ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²² 1,5497
57	OH	CH ₃	C ₂ H ₅	teplota tání 181,3
58	OH	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 138,8
59	OH	CH ₃	CH ₃	teplota tání 204,3
60	OH	CH ₃	n-C ₄ H ₉	teplota tání 146,6
61	OH	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 170,4
62	C ₂ H ₅ OCOCH—O	CH ₃	C ₂ H ₅	n _D ²² 1,5451
63	C ₂ H ₅ OCOCH—O CH ₃ CH ₃	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²² 1,5459

Sloučenina č.	X	R ¹	R ²	Teplota tání (°C) nebo index lomu
64	CH ₃ OCOCHO CH ₃	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁵ 1,5508
65	iso-C ₃ H ₇ OCOCHO CH ₃	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁵ 1,5389
66	CH ₃	CH ₃	H	teplota tání 222,2
67	CH ₃	CH ₃	CH ₃	teplota tání 162,9
68	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	teplota tání 146,6
69	CH ₃	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	n _D ²⁵ 1,5598
70	CH ₃	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 89,4
71	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	H	teplota tání 221,0
72	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 92,9
73	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	teplota tání 133,5
74	CH ₃	iso-C ₃ H ₇	CH ₂ =CH—CH ₂	teplota tání 54,5
75	CH ₃	terc.-C ₄ H ₉	CH ₃	teplota tání 82,0
76	C ₂ H ₅ OCH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²¹ 1,5596
77	iso-C ₃ H ₇ OCH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²¹ 1,5514
78	n-C ₄ H ₉ OCH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²¹ 1,5498
79	CH ₃ OCH ₂ CH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²¹ 1,5610
80	C ₂ H ₅ OCH ₂ CH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²¹ 1,5579
81	iso-C ₃ H ₇ OCH ₂ CH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²¹ 1,5487
82	CH ₃ OCH ₂ O	CH ₃	C ₂ H ₅	n _D ²⁶ 1,5589
83	CH ₃ OCH ₂ O	CH ₃	CH ₃	teplota tání 87,7
84	n-C ₄ H ₉ OCH ₂ O	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁵ 1,5496
85	n-C ₃ H ₇ OCH ₂ O	CH ₃	CH ₃	n _D ²⁵ 1,5511
86	CH ₃ OCH ₂ CH ₂ O	CH ₃	CH ₃	teplota tání 123,3
87	iso-C ₃ H ₇ OCH ₂ CH ₂ O	CH ₃	CH ₃	teplota tání 106,9
88	CH ₃ OCH ₂ O	CH ₃	n-C ₄ H ₉	n _D ²⁵ 1,5492
89	C ₂ H ₅ OCH ₂ CH ₂ O	CH ₃	n-C ₄ H ₉	n _D ²⁵ 1,5410
90	CH ₃ OCH ₂ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 104,7
91	iso-C ₃ H ₇ OCH ₂ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	teplota tání 65,6
92	CH ₃ OCH ₂ CH ₂ O	iso-C ₃ H ₇	CH ₃	n _D ²⁵ 1,5516
93	CH ₃ OCH ₂ O	CH ₃	CH ₂ =CH—CH ₂	n _D ²⁴ 1,5630
94	OH	CH ₃	H	teplota tání 275,1
95	OH	iso-C ₃ H ₇	H	teplota tání 289,9

Deriváty Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu podle vynálezu jsou schopné potlačovat růst jednoočných a trvalých plevelů na rýžových polích, horských polích, v ovocných sadech a v bažinatém prostředí. Tyto deriváty potlačují například ježatku kuří nohu (*Echinochloa Crusgalli* Beauv, jednoletou plevel, která je typickou plevelí na rýžových polích a je velmi škodlivá), monochorii (*Monochoria vaginalis* Presl, silně škodlivou jednoletou plevel z čeledi Pontederiaceae rostoucí na rýžových polích), šáchor (*Cyperus diformis* L., škodlivou jednoletou šáchorovitou plevel rostoucí na rýžových polích) bahničku (*Eleocharis acicularis* Roem. et Schult, typickou škodlivou trvalou, šáchorovitou plevel rýžových polí, rostoucí také v bažinách a průplavech), šípátku (*Sagittaria pygmaea* Miq., škodlivou trvalou plevel z čeledi Alismataceae rostoucí na rýžových polích, v bažinách a příkopech), sítinu vodní (*Scirpus juncooides* Roxb. var. *hotarui* Ohwi., jednoletou šáchorovitou plevel rostoucí na rýžových polích, v bažinách a příkopech), oves hluchý (*Avena fatua* L., jednoletou travinu rostoucí na rovinách, pustinnách a horských polích), černobýl (*Artemisia princeps* Pamp., trvalou větvenou travu rostoucí na obdělávaných i neobdělávaných polích v horách), rosičku (*Digitaria adscendens* Henr., jednoletou travinu, která je velmi škodlivou plevelí rostoucí na horských polích a v ovocných sadech), šlovík japonský (*Rumex japonicus* Houtt, trvalou plevel z rdesnovité čeledi rostoucí na horských polích a na cestách), šáchor (*Cyperus Iria* L., jednoletou šáchorovitou plevel rostoucí na horských polích a na cestách), laskavce ohnutý (*Amaranthus varidis* L., jednoletou plevel z laskavité čeledi rostoucí na horských polích, neobdělávaných půdách a cestách).

Protože sloučeniny obecného vzorce I mají vynikající potlačující účinek vůči plevelům před jejich vzejitím a během počátečního stadia růstu, charakteristické fyziologické účinky sloučenin se mohou projevit účinněji ošetřením polí sloučeninami před pěstováním užitkových rostlin, po vysázení užitkových rostlin (včetně pozemků, jako jsou ovocné sady, kde se užitkové rostliny již pěstují), ale před vzejtím plevele, nebo po zasetí užitkových rostlin, ale před jejich vzejtím. Avšak způsob aplikace herbicidů podle vynálezu není omezen jenom na možnosti popsané shora. Herbicidy se také mohou používat ve středním stadiu růstu rýže na rýžových polích a kromě toho k potlačování růstu běžných plevelů, například na prosečných polích a polích dočasně neobdělávaných, mezích mezi rýžovými poli, zemědělských cestách, u průplavů na plochách sloužících k pastvě, na hřbitovech, v parcích, na cestách, hřištích, nepoužívaných plochách kolem staveb, rekultivované půdě, na železnicích a v lesích. Herbicidní ošetření takových ploch se provádí účinněji a hospodárně, ale

není zapotřebí jej provádět před vzejtím plevelů.

K aplikaci přítomných sloučenin jako herbicidů se tyto sloučeniny běžně zpracovávají podle obvyklých postupů pro přípravu zemědělských chemikálií, na formu vhodnou pro použití. To znamená, že se sloučeniny podle vynálezu míchají s vhodnými inertními nosiči a je-li zapotřebí, s dalšími pomocnými látkami ve vhodném poměru a rozpouštěním, dispergováním, suspendováním, mechanickým mícháním, napouštěním, adsorpcí nebo adhesí se může získat vhodná forma přípravku, například suspenze, emulgovatelný koncentrát, roztok, smáčitelný prášek, popraš, granule nebo tablety.

Inertní nosiče pro použití v těchto přípravcích mohou být buď pevné látky nebo kapaliny. Jako příklady použitelných pevných nosičů se mohou uvést rostlinné prášky, jako sójová moučka, obilní moučka, dřevěná moučka z kůry stromů, piliny, prášek z tabákových lodyh, skořápky ořechů rozemleté na prášek, otruby, prášková celulóza a extrakční zbytky z rostlin, vláknité materiály, jako papír, vlnitá papírová lepenka a odpadní textil, syntetické polymery, jako práškové syntetické pryskyřice, anorganické nebo minerální produkty, jako hlinky (například kaolín, bentonit, a kyselá hlínka), mastky (například mastek a pyrofillit), křemičité látky (například rozsvíková zemina, křemičitý písek, slída a „bílé uhlí“ (vysoce disperzní syntetická kyselina křemičitá, také označovaná jako jemně rozmělněná hydratovaná sílika nebo hydratovaná kyselina křemičitá, některé obchodní produkty obsahují křemičitan vápenatý jako převažující složku), aktivní uhlí, práškovitá síra, přírodní pemza, kalcinovaná rozsvíková zemina, zbytky cihel, poletavý popel písek, uhličitán vápenatý a fosforečnan vápenatý, chemické fertilizery, jako síran amonný, dusičnan amonný, močovina a chlorid amonný a hnůj z farem. Tyto materiály se používají buď samotné nebo ve vzájemných kombinacích.

Materiály použitelné jako kapalné nosiče se vybírají ze souboru zahrnujícího rozpouštědla účinných sloučenin a z látek, které účinné sloučeniny nerozpouštějí, ale mohou je dispergovat pomocí pomocných prostředků. K tomu se například mohou použít dále uvedené materiály a to buď samotné, nebo ve vzájemných kombinacích: voda, alkoholy (například methanol, ethanol, isopropanol, butanol, ethylenglykol), ketony (například aceton, methylethylketon, methylisobutylketon, diisobutylketon a cyklohexanon), ethery (například ethylether, difuran, cellosolv, dipropylether a tetrahydrofuran), alifatické uhlovodíky (například benzín a minerální oleje), aromatické uhlovodíky (například benzen, toluen, xylol, solventnafta a alkyl-naftaleny), halogenované uhlovodíky (například dichlorethan, chlorované benzeny, chloroform, chlorid uhličitý), estery (napří-

klad ethylacetát, dibutylftalát, diisopropylftalát a dioktylftalát), amidy kyselin (například dimethylformamid, diethylformamid a dimethylacetamid), nitrily (například acetonitril) a dimethyl-sulfoxid.

Pomocné prostředky, které jsou ve formě příkladů uvedeny dále, se používají podle individuálních účelů. V některých případech se používají v kombinaci s jinými pomocnými prostředky, přičemž v některých jiných případech se pomocný prostředek nepoužívá vůbec.

Pro účely emulgace, dispergace, solubilizace a/nebo smáčení účinných sloučenin se používají povrchově aktivní látky, například polyoxyethylenalkylarylethery, polyoxyethylenalkylethery, polyoxyethylenové estery vyšších alifatických kyselin, polyoxyethylenové resináty, polyoxyethylensorbitanmonolaurát, polyoxyethylensorbitanmonooleát, alkylarylsulfonáty, kondenzační produkty naftalensulfonové kyseliny, ligninsulfonáty a sulfátové estery vyšších alkoholů.

K dosažení stabilizace disperze, lepivosti a/nebo shlukování účinných sloučenin se může používat například kaseinu, želatiny, škrobu, kyseliny alginové, methylcelulózy, karboxymethylcelulózy, arabské gumy, polyvinylalkoholu, terpentínového oleje, oleje z rýžových otrub, bentonitu a ligninsulfonátů.

Pro zlepšení tekutosti pevných přípravků se doporučuje používat vosků, stearátů nebo alkylfosfátů.

Jako peptizační činidlo pro dispergovatelnou směs se také doporučuje používat kondenzačních produktů kyseliny naftalensulfonové a polyfosfátů.

Je také možné přidávat prostředky rozrážející pěnu, jako je například silikonový olej.

Obsah účinné složky se může upravit jak se v daném případě vyžaduje. Pro výrobu práškových nebo granulovaných produktů je obvyklé 0,5 až 20 % hmotnostních účinné složky a pro výrobu emulgovatelných koncentrátů nebo smáčitelných práškových produktů je žádoucí obsah 0,1 až 50 % hmotnostních.

K ničení různých plevelů, zabránění jejich růstu nebo ochranně užitkových rostlin od škody způsobené plevelmi se používá herbicidních sloučenin podle tohoto vynálezu v dávce ničící plevel nebo v dávce zabraňující jejímu růstu, přičemž herbicidní sloučeniny se používají jako takové nebo po příslušném zředění vodou nebo jiným vhodným prostředím nebo příslušném suspendování ve vodě nebo v jiném vhodném prostředí, na půdu nebo na list plevelu na ploše, kde je vzjetí nebo růst plevelů nežádoucí.

Množství herbicidu podle vynálezu, kterého se má používat, závisí na různých okolnostech, jako například na účelu aplikace, druhu plevelu, vzejití nebo stavu růstu plevelu a pěstovaných rostlin, sklonu plevelu ke klíčení, počasí, okolních podmínkách, formě herbicidní směsi, způsobu použití, typu pole, které má být ošetřeno a době použití.

Při použití herbicidní směsi podle vynálezu jako takové nebo jako selektivního herbicidu je vhodné volit dávku účinné sloučeniny podle vynálezu v rozmezí 100 až 5000 kg na 1 ha. S ohledem na to, že při kombinovaném použití herbicidů optimální dávka herbicidu je často nižší než při jediném použití, herbicid podle vynálezu se může použít v množství nižším, než jaké je uvedeno shora, použije-li se herbicidu v kombinaci s jiným druhem herbicidu.

Herbicid podle vynálezu je zvláště hodnotný pro premergentní ošetřování a pro ošetřování v počátečním stadiu růstu pro pole ve vyšších polohách a pro prostřední stupeň potlačování plevelů na rýžových polích. K rozšíření potlačovaných druhů plevelu, a doby, kdy je možné účinné použití herbicidu nebo pro snížení dávek, herbicidy podle vynálezu se mohou používat v kombinaci s jinými herbicidy a tyto použité spadají do rozsahu tohoto vynálezu. Například herbicidy podle tohoto vynálezu se mohou používat v kombinaci s jedním nebo několika těmito herbicidy: herbicidy ze skupiny alifatických fenoxykyselin, jako je

2,4-Pa (například 2,4-dichlorfenoxyacetát),

MCP (například ethyl/2-methyl-4-chlorfenoxyacetát/),

sodná sůl kyseliny 2-methyl-4-chlorfenoxyoctové,

allyl/2-methyl-4-chlorfenoxyacetát/),

MCPB (ethyl/2-methyl-4-chlorfenoxybutyrát/);

herbicidy difenyletherové skupiny, jako je NIP (2,4-dichlorfenyl-4'-nitrofenylether),

CNP (2,4,6-trichlorfenyl-4'-nitrofenylether) a

Chlomethoxynic (2,4-dichlorfenyl-3'-methoxy-4'-nitrofenylether);

herbicidy sym.-triazinové skupiny, jako je

CAT (2-chlor-4,6-bis(ethylamino)-sym.-triazin),

Prometryne (2-methylthio-4,6-bis(isopropylamino)-sym.triazin) a

Simetryne (2-methylthio-4,6-bis(ethylamino)-sym.triazin);

herbicidy karbamátové skupiny, jako je Molinate (S-ethylhexahydro-1H-azepin-1-karbothioát),

MCC (methyl/N-(3,4-dichlorfenyl)-karbamát/),

IPC (isopropyl/N-(3-chlorfenyl)karbamát/),

Benthocart (S-(4-chlorbenzyl)N,N-diethylthiokarbamat)

a další herbicidy, jako je

D CPA (3,4-dichlorpropionalid),

Butachlor (2-chlor-2',6'-diethyl-N-(butoxymethyl)acetanilid),

Alachlor (2-chlor-2',6'-diethyl-N-(methoxymethyl)acetanilid),

Bentazon (3-isopropyl-2,1,3-benzothiazidiazon-(4)-2,2-dioxid), trifluralin (α,α,α -trifluór-2,6-dinitro-N,N-dipropyl-p-toluidin), a DCMU (3-(3,4-dichlorfenyl)-1,1-dimethylmočovina).

Shora uvedené zkratky souhlasí s popisem uvedeným v publikaci „Pesticide Manual, 1978“, který publikovala Japonská asociace pro ochranu rostlin.

Následující příklady ilustrují herbicidní účinek, přípravu prostředků a způsob syntézy sloučenin podle vynálezu, ale vynález není omezen na tyto příklady.

Zkušební příklad 1

Potlačující účinek na plevely rýžového pole v preemergentním stadiu

Kořenáče (o ploše $1 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$) se naplní zemí napodobující rýžové pole, do které se vyseje ježatka kuří noha, monochorie, šáchor *Cyperus difformis* L., a sítina vodní a hlízy špatky, které všechny jsou škodlivé plevely rostoucí na rýžovém poli, a v koře-

náči se udržují takové podmínky jaké jsou v preemergentním stavu.

Zem v kořenáči se ošetří postřikem každou z účinných sloučenin podle vynálezu uvedených v tabulce 1, přičemž sloučeniny jsou upravené tak, aby měly danou koncentraci kapaliny. Po 21 dní se hodnotí procento potlačení růstu plevelu v porovnání s růstem v neošetřeném kořenáči a herbicidní účinek se posuzuje podle těchto ukazatelů:

Kritérium pro posouzení herbicidního účinku

Stupeň herbicidního účinku	Procento potlačení růstu plevelu (%)
5	100
4	90—99
3	80—89
2	70—79
1	<70

Výsledky jsou shrnuty v tabulce 2.

Tabulka 2

Sloučenina č.	Množství použité účinné složky ($\text{g} \cdot \text{ha}^{-1}$)	Ježatka kuří noha	Účinek preemergentního ošetření			
			Mono-chorie	Šáchor	Sítina vodní	Špatka
1	5000	4	5	5	3	5
2	5000	5	5	5	4	4
3	5000	5	5	4	5	5
4	5000	5	5	5	4	5
5	5000	5	5	5	3	5
6	5000	4	5	5	2	4
7	5000	5	5	5	4	5
8	5000	5	5	5	4	5
9	5000	5	5	5	3	5
10	5000	4	5	5	2	5
11	5000	5	5	5	5	5
12	5000	2	4	5	2	2
13	5000	5	5	5	4	5
14	5000	5	5	5	4	5
15	5000	5	5	5	4	5
16	5000	5	5	5	5	5
17	5000	5	5	5	4	5
18	5000	3	5	5	3	3
19	5000	5	5	5	5	5
20	5000	5	5	5	5	5
21	5000	5	5	5	3	5
22	5000	5	5	5	5	5
24	5000	5	5	5	5	5
25	5000	5	5	5	5	5
26	5000	5	5	5	5	5
27	5000	5	5	5	5	5
28	5000	5	5	5	4	5
32	5000	5	5	5	4	5
33	5000	5	5	5	5	5
34	5000	5	5	5	5	5
35	5000	2	4	5	3	2
36	5000	5	5	5	4	4
37	5000	5	5	5	4	5

219925

Slou- čenina č.	Množství použité účinné složky (g . ha ⁻¹)	Ježatka kuří noha	Účinek Mono- chorie	Účinek Šáchor	Účinek Sítina vodní	ošetření Šípatka
38	5000	5	5	5	4	5
39	5000	2	4	5	2	2
40	5000	5	5	5	4	5
41	5000	5	5	5	5	5
42	5000	5	5	5	5	5
43	5000	5	5	5	4	5
44	5000	5	5	5	4	5
45	5000	4	5	5	2	3
46	5000	5	5	5	4	5
47	5000	5	5	5	5	5
48	5000	5	5	5	3	5
50	5000	5	5	5	4	3
51	5000	5	5	5	5	5
52	5000	5	5	5	5	5
53	5000	5	5	5	3	3
54	5000	5	5	5	5	2
55	5000	5	5	5	4	2
56	5000	5	5	5	3	2
57	5000	5	5	5	5	5
62	5000	3	5	5	3	5
63	5000	5	5	5	4	5
64	5000	5	5	5	5	5
65	5000	5	5	5	4	5
67	5000	5	5	5	3	2
68	5000	5	5	5	4	5
69	5000	5	5	5	4	5
70	5000	5	5	5	4	5
71	5000	3	5	5	2	2
72	5000	5	5	5	4	5
73	5000	5	5	5	4	3
74	5000	3	5	5	2	2
75	5000	5	5	5	4	5
76	5000	5	5	5	5	5
77	5000	5	5	5	4	5
78	5000	5	5	5	4	4
79	5000	5	5	5	5	5
80	5000	5	5	5	4	5
81	5000	5	5	5	5	4
82	5000	5	5	5	5	5
83	5000	5	5	5	5	5
84	5000	5	5	5	4	4
85	5000	4	5	5	3	2
86	5000	4	4	5	2	2
87	5000	4	4	5	2	2
88	5000	5	5	5	5	5
89	5000	4	5	5	4	4
90	5000	5	5	5	5	5
91	5000	5	4	5	5	5
92	5000	5	5	5	5	5
93	5000	5	5	5	5	5

Zkušební příklad 2

Potlačující účinek na plevele rýžového pole v postemergentním stadiu

Kořenáče (o ploše $1 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$) se naplní zemí napodobující rýžové pole a nechají se v nich růst škodlivé plevele až do dále uvedeného stáří listů. Potom se mladé semenáčky rostlin rýže (kultivar „Nipponbare“) ve stáří 2,5-listů přesadí do země jeden den před ošetřením každým herbicidem podle vynálezu.

21 den po ošetření se hodnotí herbicidní účinek a stupeň poškození úrody tím, že se porovnají výsledky s údaji zjištěnými u neošetřeného kořenáče.

Druh vzorku
plevele

Stáří listu u
plevele

Ježatka kuří noha	1
Monochorie	2—3
Šáchor <i>Cyperus difformis</i> L.,	1—2
Sítina vodní	2—3
Šípátka	3

Kritéria pro posouzení stupně chemického poškození

V	vysoký (včetně uvadnutí)
S	střední
N	nízký
B	bez poškození (tj. žádný)

Kritéria pro posouzení herbicidní účinku jsou shodná jako ve zkušebním příkladu 1. Výsledky jsou shrnuty v tabulce 3.

Tabulka 3

Sloučenina č.	Množství použité účinné složky (g · ha ⁻¹)	Ježatka kuří noha	Účinek postemergentního ošetření Mono- chorie	Šáchor	Sítina vodní	Šípátka	Chemické poškození rýžového pole
1	5000	5	4	4	2	2	B
2	5000	5	4	5	3	3	N
3	5000	5	3	3	2	3	N
4	5000	5	4	5	3	3	N
5	5000	5	4	4	2	2	N
7	5000	5	4	5	4	5	N
8	5000	5	3	4	2	3	B
9	5000	5	3	2	2	2	N
10	5000	5	2	2	2	2	B
11	5000	5	4	5	3	3	N
13	5000	5	3	5	2	2	N
14	5000	5	4	5	2	2	N
15	5000	5	3	4	2	4	N
16	5000	5	4	5	3	3	N
17	5000	5	2	3	2	2	B
24	5000	5	4	5	4	4	N
25	5000	5	4	5	3	5	N
26	5000	5	4	4	2	5	N
27	5000	5	4	5	3	5	N
28	5000	5	4	4	2	4	N
32	5000	4	5	5	4	4	B
33	5000	5	5	5	5	5	N
34	5000	5	5	5	5	5	N
36	5000	5	5	5	4	4	B
37	5000	4	4	5	4	2	B
38	5000	5	4	4	3	5	N
40	5000	5	4	5	3	3	N
41	5000	5	4	3	2	3	N
42	5000	5	4	4	3	3	N
43	5000	5	3	5	2	3	N
44	5000	5	3	3	2	2	N
46	5000	5	3	2	2	2	N

Sloučenina č.	Množství použité účinné složky (g . ha ⁻¹)	Účinek postemergentního ošetření					Chemické poškození rýžového pole
		Ježatka kuří noha	Mono- chorie	Šáchor	Sítina vodní	Šípat- ka	
40	5000	5	4	5	2	3	N
51	5000	5	4	4	3	2	N
52	5000	5	3	5	2	3	N
53	5000	5	3	2	2	2	B
54	5000	5	2	5	2	2	B
56	5000	5	2	3	2	2	B
57	5000	5	3	5	2	3	N
63	5000	5	3	3	2	4	B
64	5000	2	4	4	2	2	B
65	5000	4	4	4	2	3	B
67	5000	5	4	4	2	2	N
68	5000	5	3	2	2	2	N
69	5000	5	3	3	2	3	N
70	5000	5	4	4	2	3	N
72	5000	5	4	5	4	3	N
73	5000	5	3	4	2	2	N
75	5000	5	4	5	2	2	N
76	5000	5	4	4	2	3	N
77	5000	5	4	4	3	3	N
78	5000	5	4	4	2	2	B
79	5000	5	4	2	2	3	N
80	5000	5	4	4	2	3	N
81	5000	5	4	4	2	3	N
82	5000	5	4	4	4	5	N
83	5000	5	3	4	2	3	N
84	5000	5	3	5	2	2	B
85	5000	4	3	3	2	2	N
86	5000	4	3	4	2	2	N
87	5000	4	3	4	2	2	N
88	5000	5	4	4	2	3	N
89	5000	4	3	3	2	2	N
90	5000	5	4	5	2	2	N
91	5000	5	3	3	2	3	N
92	5000	5	3	5	2	2	N
93	5000	5	4	5	3	3	N

Zkušební příklad 3

Potlačující účinek na plevele vysoko položeného pole v preemergentním stádiu.

Polyethylenové nádoby o rozměru 10 cm X 20 cm X 5 cm (hloubka) se naplní zemí a na ní se vyseje oves, ježatka kuří noha, rosička, laskavec ohnutý, černobýl, šťovík ja-

ponský a šáchor *Cyperus Iria* L. a semena se pokryjí zemí.

Zem se ošetří postřikem každou účinnou sloučeninou podle vynálezu upravenou na danou koncentraci kapaliny. Po 21 dní se hodnotí herbicidní účinek v porovnání s výsledky stanovenými na neošetřeném kořenáči. Kritéria pro hodnocení herbicidního účinku jsou podle zkušební příkladu 1. Výsledky jsou shrnuty v tabulce 4.

Tabulka 4

Slou- čenina č.	Množ- ství po- užitá účinné složky (g.ha ⁻¹)	Oves	ježatka kuří noha	Rosič- ka	Účinek preemergentního ošetření Laska- vec ohnu- tý	Černo- bíl	Štovík japon- ský	Šá- chor
1	5000	3	3	5	5	5	5	5
2	5000	4	5	5	5	5	5	5
3	5000	3	4	5	5	5	5	5
4	5000	4	4	5	5	5	5	5
5	5000	2	4	4	5	4	5	5
6	5000	3	3	5	5	2	4	5
7	5000	3	5	5	5	5	5	5
8	5000	3	3	5	5	3	5	5
9	5000	3	3	4	5	3	5	5
10	5000	3	3	4	5	3	5	5
11	5000	5	5	5	5	5	5	5
13	5000	3	4	5	5	5	5	5
14	5000	4	4	5	5	5	5	5
15	5000	3	4	5	5	5	5	5
16	5000	3	5	5	5	5	5	5
17	5000	2	3	5	5	5	5	4
18	5000	2	2	4	5	4	4	5
19	5000	3	5	5	5	5	5	5
20	5000	3	3	5	5	5	5	5
21	5000	2	2	4	5	4	5	5
22	5000	2	5	5	5	5	5	5
24	5000	5	5	5	5	5	5	5
25	2500	3	5	5	5	5	5	5
26	5000	5	5	5	5	5	5	5
27	5000	5	5	5	5	5	5	5
28	5000	4	4	5	5	5	5	5
29	5000	2	5	5	5	5	5	5
30	5000	2	2	2	5	5	5	5
31	5000	2	2	3	5	5	4	5
32	5000	2	2	5	5	4	4	5
33	5000	4	4	5	5	5	5	5
34	5000	3	3	5	5	2	5	5
36	5000	2	2	5	5	2	5	5
37	5000	2	2	5	4	2	5	5
38	5000	5	5	5	5	5	5	5
40	5000	3	5	5	5	5	5	5
41	5000	4	5	5	5	5	5	5
42	5000	3	4	5	5	5	5	5
43	5000	5	5	5	5	5	5	5
44	5000	2	5	5	5	5	5	5
46	5000	5	5	5	5	5	5	5
47	5000	3	5	5	5	3	5	5
48	5000	2	4	5	5	2	5	5
49	5000	2	5	5	5	5	5	5
50	5000	5	5	5	5	5	5	5
51	5000	4	5	5	5	5	5	5
52	5000	3	4	5	5	5	5	5
53	5000	2	4	5	5	5	5	5
54	5000	2	4	5	5	5	4	5
55	5000	2	2	5	5	4	5	5
56	5000	2	2	5	5	2	2	5

Sloučenina č.	Množství použité účinné složky (g.ha ⁻¹)	Oves	Ježatka kuří noha	Rosička	Účinek preemergentního ošetření Laskavec ohnutý	Černobýl	Šťovík japonský	Šáchor
57	5000	2	2	2	5	2	2	5
62	5000	2	2	5	5	5	4	5
63	5000	2	4	5	5	5	5	5
64	5000	2	3	5	5	5	4	5
65	5000	2	3	5	5	5	5	5
67	5000	2	5	5	4	3	5	5
68	5000	3	5	5	5	5	5	5
69	5000	2	4	5	4	5	5	5
70	5000	5	5	5	5	5	5	5
71	5000	2	3	4	5	2	4	2
72	5000	3	5	5	5	5	5	5
73	5000	2	5	5	5	2	5	5
74	5000	2	4	5	5	2	4	5
75	5000	2	3	5	4	2	5	5
76	5000	4	5	5	5	5	5	5
77	5000	4	5	5	5	5	5	5
78	5000	3	3	5	5	5	5	5
79	5000	4	5	5	5	5	5	5
80	5000	4	5	5	5	5	5	5
81	5000	2	4	5	5	5	5	5
82	5000	5	5	5	5	5	5	5
83	5000	4	5	5	5	5	5	5
84	5000	2	4	5	5	5	5	5
85	5000	3	4	5	5	5	5	5
86	5000	3	4	5	5	5	5	5
87	5000	2	5	5	5	5	4	5
88	5000	4	5	5	5	5	5	5
89	5000	4	4	5	5	5	5	5
90	5000	5	5	5	5	5	5	5
91	5000	5	5	5	5	5	5	5
92	5000	4	5	5	5	5	5	5
93	5000	5	5	5	5	5	5	5

Zkušební příklad 4

Potlačující účinek na plevele vysoko položeného pole v postemergentním stádiu

Polyethylenové nádoby o rozměru 10 cm X 20 cm X 5 cm (hloubka) se naplní zemí a na ní se vysejí plevele uvedené dále a semena sóji, načež se semena pokryjí zemí. Plevle a sója se kultivují do dále uvedeného stáří listů a potom se ošetří každou účinnou látkou podle vynálezu v uvedené dávce.

Po 21 dnech se hodnotí herbicidní účinek na plevel a stupeň poškození úrody sóji, při porovnání s výsledky zjištěnými v neošetřeném kořenáči.

Druh vzorku rostliny

Oves	2
Rosička krvavá	2
Laskavec ohnutý	1
Černobýl	1
Šťovík japonský	2
Šáchor <i>Cyperus Iria L.</i>	1
Sója	stadium prvního dvojlistu

Stáří listu u vzorku rostliny

Kritéria hodnocení herbicidního účinku a chemického poškození jsou podle zkušebních příkladů 1 a 2. Výsledky jsou shrnuty v tabulce 5.

219925

Tabulka 5

Slou- čení- na č.	Množ- ství použité účinné látky (g.ha ⁻¹)	Účinek postemergentního ošetření					Šá- chor	Chemic- ké poško- zení sója
		Oves	Rosič- ka krva- vá	Laska- vec ohnu- tý	Černo- býl	Što- vík japon- ský		
1	5000	3	2	5	2	4	2	N
2	5000	3	3	5	4	2	4	N
3	5000	4	2	5	4	5	5	N
4	5000	4	4	5	3	5	5	N
5	5000	3	4	5	2	4	5	N
7	5000	4	3	5	2	4	5	B
8	5000	3	2	3	2	2	3	B
9	5000	3	4	5	2	3	2	B
10	5000	3	4	5	2	3	2	B
11	5000	3	3	3	2	3	2	B
13	5000	2	2	5	3	3	2	B
14	5000	4	4	5	2	5	5	N
15	5000	4	3	5	4	5	5	N
16	5000	4	4	5	2	5	5	N
17	5000	3	2	4	3	3	5	N
19	5000	5	3	3	2	4	4	B
21	5000	4	3	5	3	3	5	B
22	5000	2	2	4	5	5	5	B
23	5000	2	2	5	2	2	2	B
24	5000	4	4	5	5	5	5	N
25	2500	5	5	5	5	5	5	N
26	5000	2	5	5	5	5	5	N
27	5000	5	5	5	5	5	5	N
28	5000	4	4	5	5	5	5	N
29	5000	3	2	5	5	5	5	B
30	5000	3	2	5	2	3	2	B
31	5000	2	2	5	2	2	2	B
32	5000	2	4	5	5	5	5	B
33	5000	4	4	5	5	5	5	N
34	5000	4	3	5	4	4	2	N
36	5000	2	3	4	5	3	2	N
37	5000	2	3	5	5	3	5	B
38	5000	3	2	5	5	5	5	B
40	5000	5	3	4	5	5	5	N
41	5000	3	3	5	5	5	5	N
42	5000	4	5	5	3	5	5	N
43	5000	4	3	5	4	5	5	N
44	5000	3	2	4	3	5	5	N
46	5000	4	4	5	4	5	5	N
47	5000	3	3	3	2	4	5	B
49	5000	2	2	5	5	5	5	B
50	5000	5	4	5	5	5	2	B
51	5000	5	2	5	5	5	5	N
52	5000	5	2	5	4	5	5	B
53	5000	4	2	5	4	5	5	N
54	5000	4	2	5	5	5	5	B
55	5000	4	2	5	5	5	5	B
56	5000	5	2	5	4	5	5	B
57	5000	2	2	5	4	3	5	B
58	5000	2	2	5	2	2	2	B
62	5000	4	3	5	4	4	5	B
63	5000	5	2	5	5	4	5	B
64	5000	5	3	5	4	4	5	B
65	5000	4	2	5	5	4	5	B
67	5000	2	2	5	2	5	4	N
68	5000	2	2	5	2	5	4	N

Sloučenina č.	Množství použitá účinná látka (g.ha ⁻¹)	Účinek postemergentního ošetření					Šáchor	Chemické poškození sója
		Oves	Rosička kravá	Laska- vec ohnutý	Černo- bíl	Što- vík japonský		
69	5000	2	4	5	2	5	5	N
70	5000	3	2	5	3	5	5	N
72	5000	5	4	5	2	5	5	N
73	5000	2	2	5	2	5	5	B
74	5000	2	2	5	2	2	5	B
75	5000	2	2	5	2	5	2	B
76	5000	4	5	5	5	5	5	N
77	5000	5	5	5	5	5	5	N
78	5000	3	3	5	3	3	5	N
79	5000	5	5	5	5	5	5	N
80	5000	5	5	5	5	5	5	N
81	5000	4	5	5	5	5	5	N
82	5000	5	5	5	5	5	5	N
83	5000	5	4	4	4	4	4	N
84	5000	4	3	3	2	4	5	N
85	5000	4	4	3	2	4	5	N
86	5000	3	3	2	2	4	5	B
87	5000	3	3	2	2	2	5	N
88	5000	4	4	5	5	4	5	N
89	5000	4	4	4	2	3	5	N
90	5000	5	4	5	4	5	5	N
91	5000	5	4	5	5	5	5	N
92	5000	4	4	5	3	5	5	N
93	5000	5	4	5	5	5	5	N

Příklad 1

Směs smáčitelného prášku se získá stejným promísením a mletím těchto složek:

Sloučenina č. 43	50 dílů
Směs hlínky a vysoce disperzní syntetické kyseliny křemičité (hlínka tvoří většinu složky)	45 dílů
Polyoxyethylenonfylfenylether	5 dílů

Příklad 2

Směs ve formě granulí se získá mísením do homogenního stavu a mletím dále uvedených složek, potom hnětením směsi s vhodným množstvím vody a granulací uhnětené směsi.

Sloučenina č. 69	5 dílů
Směs bentonitu a hlínky	90 dílů
Ligninsulfonát vápenatý	5 dílů

Příklad 3

Emulgovatelný koncentrát se získá stejným smísením dále uvedených složek.

Sloučenina č. 92	50 dílů
Xylen	40 dílů
Směs polyoxyethylenonfylfenyletheru a alkylbenzensulfonátu vápenatého	10 dílů

Příklad způsobu syntézy 1

Syntéza ethoxymethylenurethanu

Ve 40 ml toluenu se rozpustí 44,4 g (0,3 mol) ethylorthoformiátu a přitom se udržuje teplota 110 až 120 °C. Ke směsi během asi 2 hodin přikape 18 g (0,2 mol) urethanu a 200 ml směsi kyseliny sírové s toluenem. Po tuto dobu se z reakční nádoby odstraňuje destilací vznikající ethanol. Poté co je překapávání ukončeno, oddestiluje se toluen. Destilací zbytku se získá 9,5 g požadovaného produktu o teplotě varu 72,4 °C/2000 Pa.

Výtěžek je 38,8 %.

Příklad způsobu syntézy 2

Syntéza 1-(ethylthio)isobutylidenuretanu

Ve 150 ml ethyletheru se rozpustí 34,5 g (0,5 mol) isobutyronitrilu a 31 g (0,5 mol) ethylmerkaptanu a do roztoku se zavede 20,1 g (0,55 mol) suchého chlorovodíku za teploty nepřevyšující 0 °C.

Reakční směs se za teploty, která nepřevyšuje 0 °C, ponechá 5 dní a potom se k ní přidá 300 ml n-hexanu. Olejovitá látka oddělená jako spodní vrstva se shromáždí a po přidání ledu alkalizuje přidávkem uhličitanu draselného za teploty nepřevyšující 0 °C. Vyrobený olej se extrahuje diethyletherem,

suší a k odstranění etheru destiluje. Tím se dostane 41,7 g olejovité látky, která se rozpustí ve 300 ml benzenu, přidá se 27,2 g pyridinu za chlazení směsí na teplotu nepřevyšující 0 °C, a k tomu se přikape 35 g ethylchlorokarbonátu. Po dvouhodinové reakci za teploty, která nepřekračuje 5 °C, se nerozpustná látka odfiltruje a destiluje, aby se odstranil benzen. Potom se zbytek za sníženého tlaku destiluje a získá se 34,5 g určitého produktu o teplotě varu 87 až 90 °C/400 Pa. Výtěžek je 34,0 %.

Z acetonitrilu, ethylmerkaptanu a ethylchlorokarbonátu se podobným způsobem získá 1-(ethylthio)ethylidenuretan o teplotě varu 80 až 82 °C/400 Pa. Výtěžek je 40,0 %.

Příklad způsobu syntézy 3

Syntéza 1-(2,4-dichlor-5-isopropoxyfenyl)-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

V 70 ml xylenu se zahřívá 7,38 g (0,031 mililitrů) 2,4-dichlor-5-isopropoxyfenylhydrazinu a 5,5 g (0,031 mol) 1-(ethylthio)ethylidenurethanu po dobu 30 minut na teplotu 80 až 90 °C, směs se potom ochladí na teplotu místnosti, přidá 3,17 g (0,031 mol) triethylaminu a vaří pod zpětným chladičem 2 hodiny.

Roztok se třikrát extrahuje vždy 50 ml 10% vodného roztoku hydroxidu sodného a oddělená vodná vrstva se promyje diethyletherem a okyslí kyselinou chlorovodíkovou. Výsledné krystaly se odfiltrují, promyjí vodou, suší a rekrystaluje z methanolu. Získá se tak 8,8 g připravovaného produktu o teplotě tání 165,7 °C. Výtěžek je 92,6 %.

Příklad způsobu syntézy 4

Syntéza 1-(2,4-dichlor-5-isopropoxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

Ve 300 ml benzenu se suspenduje 9 g (0,03 mol) 1-(2,4-dichlor-5-isopropoxyfenyl)-3-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu a 9 g triethylbenzylamoniumchloridu, a k suspenzi se přidá 40 ml vodného roztoku obsahujícího 9 g hydroxidu sodného. Po třicetiminutovém míchání se přidají 4 g (0,033 mol) alkylbromidu a po dalším dvouhodinovém varu pod zpětným chladičem za míchání se benzenová vrstva izoluje, promyje postupně vodou, zředěnou kyselinou chlorovodíkovou a opět vodou, suší, destiluje pro odstranění benzenu a dále čistí suchou sloupcovou chromatografií. Získá se tak 9,4 g připravovaného produktu, $n_D^{25} = 1,5573$. Výtěžek je 91,4 procent.

Příklad způsobu syntézy 5

Syntéza 1-(2,4-dichlor-5-isopropoxyfenyl)-3-terc.-butyl-4-methyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

Ve 30 ml tetrahydrofuranu se rozpustí 2,35 g (0,01 mol) 2,4-dichlor-5-isopropoxyfenylhydrazinu a 1,1 g (0,011 mol) triethylaminu a 1,2 g (0,01 mol) pivaloylchloridu se přikape za teploty nepřevyšující 10 °C. Po třicetiminutovém míchání se vzniklá sůl odfiltruje a filtrát se odpaří, aby se získaly krystaly. Krystaly se rozpustí v 50 ml tetrahydrofuranu a 1 g methylisokyanátu a k roztoku se přidají dvě nebo tři kapky triethylaminu. Směs se vaří pod zpětným chladičem 40 hodin, oddestiluje se tetrahydrofuran, aby se získala olejovitá látka, ke které se přidá 70 ml 5% vodného roztoku hydroxidu draselného. Směs se vaří pod zpětným chladičem 30 minut, potom ochladí na teplotu místnosti a připravovaná látka extrahuje diethyletherem. Extrakt se suší, destilací zbaví etheru a dále čistí suchou sloupcovou chromatografií. Získá se 0,34 g připravovaného produktu o teplotě tání 112,5 stupňů Celsia. Výtěžek je 9,5 %.

Příklad způsobu syntézy 6

Syntéza 1-(2,4-dichlor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

Směs 3,0 g (0,0087 mol) 1-(2,4-dichlor-5-isopropoxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu, 10 ml 47 % kyseliny bromovodíkové a 50 ml kyseliny octové se vaří pod zpětným chladičem 5 hodin. Směs se potom vylije na 200 ml vody a třikrát extrahuje vždy 50 ml ethylacetátu. Ethylacetátová vrstva se dvakrát extrahuje 50 ml 10% vodného roztoku hydroxidu sodného. Vodná vrstva se okyslí kyselinou chlorovodíkovou a výsledná směs se extrahuje ethylacetátem. Extrakt se promyje vodou, suší a destilací zbaví ethylacetátu. Tím se získá 2,6 g produktu o teplotě tání 138,8 °C. Výtěžek je 100 %.

Příklad způsobu syntézy 7

Syntéza 1-(2,4-dichlor-5-sec.-butoxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

Ve 20 ml benzenu se suspenduje 0,6 g (0,001 mol) 1-(2,4-dichlor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu a 0,6 triethylbenzylamoniumchloridu a k suspenzi se přidají 2 ml vodného roztoku obsahujícího 0,6 g hydroxidu sodného. Po třicetiminutovém míchání za teploty místnosti se dále přidá 1 g sek.-butylbromidu a směs se vaří pod zpětným chladičem za míchání 3 hodiny. Po ukončení reakce se ke směsi přidá 50 ml vody, benzenová vrstva se oddělí, promyje postupně vodou, zředěnou kyselinou chlorovodíkovou a opět vodou, potom suší, destilací odstraní benzen a čistí suchou sloupcovou chromatografií. Získá se tím 0,5

gramu připravovaného produktu, n_D^{24} 1,5552. Výtěžek je 71,4 %.

Příklad způsobu syntézy 8

Syntéza 1-/2,4-dichlor-5-(1-ethoxykarbonylethoxy)fenyl/-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

Směs 0,5 g (0,00166 mol) 1-(2,4-dichlor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu, 0,31 g (0,0017 mol) ethyl-2-brompropionátu a 1 g uhlíčitanu draselného se zahřívá v 10 ml dimethylsulfoxidu na teplotu 100 až 110 °C po dobu 3 hodin. Po ukončení reakce se ke směsi přidá 50 ml vody a produkt se extrahuje diethyletherem. Etherový extrakt se promyje, suší a destilací se z něho odstraní ether a potom se čistí suchou sloupcovou chromatografií. Získá se 0,4 g připravovaného produktu, n_D^{22} 1,5459. Výtěžek je 60,6 %.

Příklad způsobu syntézy 9

Syntéza 1-(2,4-dichlor-5-ethoxymethoxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

V 50 ml benzenu se rozpustí 3,0 g (0,0087 mol) 1-(2,4-dichlor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu a 2,2 g triethylaminu a přikape 0,94 g (0,0098 mol)

chlormethylethyletheru za teploty nepřevyšující 10 °C. Po jednohodinovém míchání za teploty místnosti se ke směsi přidá voda, benzenová vrstva se oddělí, suší a destiluje pro odstranění benzenu. Tím se získá 3,1 g připravovaného produktu, n_D^{21} 1,5596. Výtěžek je 86,4 %.

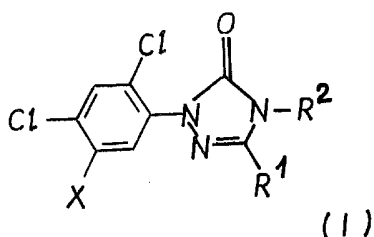
Příklad způsobu syntézy 10

Syntéza 1-/2,4-dichlor-5-(2-ethoxyethoxy)fenyl/-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu

Směs 0,5 g (0,0015 mol) 1-(2,4-dichlor-5-hydroxyfenyl)-3-methyl-4-allyl- Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu, 1 g fluoridu draselného a 30 ml dimethylformamidu se míchá za teploty místnosti 30 minut a potom se ke směsi přidá 1 g (0,0091 mol) 2-chlorethyl-ethyl-etheru. Směs se za míchání zahřívá na teplotu 120 °C 4 hodiny a potom ochladí na teplotu místnosti. Ke směsi se přidá voda a výsledná olejovitá látka extrahuje diethyletherem. Extrakt se promyje postupně alkalickým roztokem a vodou, suší a destiluje pro odstranění etheru. Zbývající olejovitá hmota se čistí na suchém sloupci silikagelu za použití systému rozpouštědel ethylacetát a n-hexan v poměru 1:1. Získá se tak 0,43 g připravovaného produktu, n_D^{21} 1,5579. Výtěžek je 70,5 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačený tím, že jako účinnou látku obsahuje derivát Δ^2 -1,2,4-triazolin-5-onu obecného vzorce I



kde

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

R^2 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku a

X znamená hydroxyskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkyloxyskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkyloxyalkyloxyskupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a každý alkyl má 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxyskupinu se 2 až 4 atomy uhlíku nebo alkyloxykarbonylalkyloxyskupinu, ve které jsou obě

alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a každý alkyl obsahuje 1 až 4 atomy uhlíku, nebo allyloxyskupinu, a dále obsahuje ředidlo.

2. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačený tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I, kde

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

R^2 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo allylovou skupinu,

X znamená alkyloxyskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, methoxymethoxyskupinu nebo allyloxyskupinu.

3. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vyznačený tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I, kde

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

R^2 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku,

X znamená hydroxyskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkyloxyskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, methoxymethoxyskupinu, 1-ethoxykarbonylethoxyskupinu nebo allyloxyskupinu.

4. Herbicidní prostředek podle bodu 1, vy-

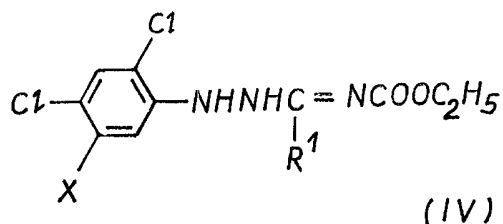
značený tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I, kde

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

R^2 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku,

X znamená alkyloxyalkyloxyskupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a každý alkyl má 1 až 4 atomy uhlíku.

5. Způsob výroby látky účinné podle bodu 1, obecného vzorce I, vyznačující se tím, že na sloučeninu obecného vzorce IV



kde

R^1 a X mají význam uvedený v bodě 1, se působí bázi a získá se sloučenina obecného vzorce I, kde R^2 znamená atom vodíku, a popřípadě vzniklá sloučenina reaguje se sloučeninou obecného vzorce X

R^2Z (X),

kde

R^2 má význam uvedený v bodě 1,

Z znamená atom halogenu, a získá se sloučenina obecného vzorce I.

6. Způsob podle bodu 5, vyznačující se tím, že se na sloučeninu obecného vzorce IV, kde R^1 a X mají význam uvedený v bodě 1, působí bázi vybranou ze skupiny zahrnující uhličitán sodný, uhličitán draselný, hydrogenuhličitán sodný, hydrogenuhličitán draselný, hydroxid sodný, hydroxid draselný, alkoxidy alkalických kovů, pyridin, trimethylamin, triethylamin, diethylanilin nebo 1,8-diazabicyklo-(5,4,0)-7-undecen.

7. Způsob podle bodu 5, vyznačující se tím, že se na sloučeninu obecného vzorce IV, kde R^1 má význam uvedený v bodě 1, X znamená hydroxyskupinu, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkyloxyskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, methoxy-methoxyskupinu, 1-ethoxykarbonylethoxyskupinu nebo allyloxyskupinu, se působí bázi, a popřípadě vzniklá sloučenina reaguje se sloučeninou obecného vzorce X, kde R^2 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku.

8. Způsob podle bodu 5, vyznačující se tím, že se na sloučeninu obecného vzorce IV, kde R^1 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, X znamená alkyloxyalkyloxyskupinu, ve které jsou obě alkylové části stejné nebo navzájem odlišné a každý alkyl má 1 až 4 atomy uhlíku, působí bázi, a popřípadě vzniklá sloučenina reaguje se sloučeninou obecného vzorce X, kde R^2 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkenylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku.