



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

237333
(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 43/58

(22) Přihlášeno 15 07 82

(21) (PV 5430-82)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 17 07 81
(8122142) Velká Británie

(40) Zveřejněno 14 12 84

(45) Vydáno 15 04 87

(72)
Autor vynálezu

HATTON LESLIE ROY, CHELMSFORD, PARNELL EDGAR WILLIAM,
HORNCHURCH, ROBERTS DAVID ALAN, BEDFORD (Velká Británie)

(73)
Majitel patentu

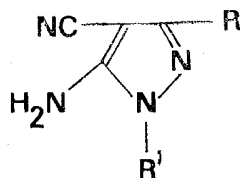
MAY & BAKER LIMITED, DAGENHAM (Velká Británie)

(54) Herbicidní prostředek

1

Vynález popisuje herbicidní prostředky obsahující jako účinné látky deriváty N-fenylpyrazolu.

V J. Heter. Chem. 12 (1975), 1199—1205 popsali P. L. Southwick a B. Dhawan přípravu 4,6-diaminopyrazolo[3,4-d]pyrimidinů v očekávání, že tyto pyrimidinové deriváty budou mít užitečné farmakologické vlastnosti. Jako výchozí látky použili tito autoři 1-fenyl-5-amino-4-kyanpyrazoly obecného vzorce I



(I)

ve kterém

R znamená mj. atom vodíku a

R' představuje atom vodíku, methylovou skupinu, hydroxyethylovou skupinu nebo fenyllovou skupinu substituovanou jedním nebo několika atomy chloru nebo/a methylovými skupinami.

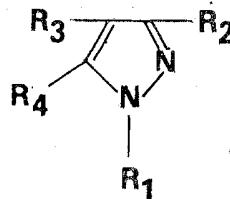
Mezi četné pyrazolové deriváty, které při-

2

pravili a popsali Southwick a Dhawan, náležejí 5-amino-4-kyan-1-(2,4-dichlorfenyl)pyrazol a 5-amino-4-kyan-1-[4-chlor-2-methylfenyl]pyrazol. Shora zmíněná práce neobsahuje žádné zmínky o tom, že sloučeniny obecného vzorce I vykazují herbicidní účinnost nebo že by bylo možno očekávat, že by takovouto účinnost mohli vykazovat.

Tyto pyrazolové deriváty zřejmě nevedly (podle autorů článku) k užitečnému terapeutickému činidlu (konkrétně k antimalariku), jímž je 4,6-diaminopyrazolo[3,4-d]pyrimidin a jeho deriváty.

V japonské přihlášce vynálezu č. 25 598/63 (publikována pod číslem 19 958/65) jsou popsány deriváty pyrazolu obecného vzorce II



(II)

ve kterém

R_1 znamená atom vodíku nebo nesubstituovanou fenylovou skupinu,

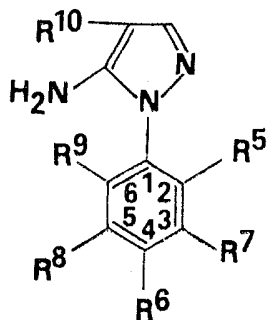
R_2 představuje atom vodíku nebo nižší alkylovou skupinu,

R_3 znamená atom vodíku, atom halogenu, nitroskupinu nebo kyanoskupinu a

R_4 představuje nižší alkylovou skupinu, aminoskupinu nebo nižší alkoxykupinu, které jsou užitečné jako herbicidy.

V naší britské patentní publikaci č. 2 070 604 A je uvedeno, že je-li substituentem R_1 na pyrazolovém kruhu sloučenin obecného vzorce II fenylový zbytek nesoucí určité substituenty, znamená-li R_2 atom vodíku, R_3 kyanoskupinu nebo substituovanou karbamoylovou skupinu a R_4 aminoskupinu, mají takovéto sloučeniny rovněž užitečnou herbicidní účinnost, přičemž vykazují neočekávaně výhodné herbicidní vlastnosti v porovnání se sloučeninami popsány v japonské patentní publikaci č. 19 958/65 — Derwent Basic No. G 3904, například s úzce příbuzným 1-fenyl-4-kyan-5-aminopyrazolem.

Shora citovaná britská patentní publikace tedy popisuje herbicidně účinné deriváty N-fenylpyrazolu obecného vzorce III



(III)

ve kterém

každý ze symbolů R^5 a R^6 , které mohou být stejné nebo rozdílné, znamená vždy alkylovou či alkoxylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, trifluormethylovou skupinu, trifluormethoxyskupinu, nitroskupinu, kyanoskupinu, primární aminoskupinu, atom fluoru, chloru nebo bromu,

každý ze symbolů R^7 , R^8 a R^9 , které mohou být stejné nebo rozdílné, znamená vždy atom vodíku, alkylovou či alkoxylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, trifluormethylovou skupinu, trifluormethoxyskupinu, nitroskupinu, kyanoskupinu, primární aminoskupinu nebo atom fluoru, chloru či bromu, nebo

R^5 , R^7 , R^8 a R^9 znamenají vždy atom vodíku a R^6 představuje trifluormethoxyskupinu nebo výhodně trifluormethylovou skupinu, a

R^{10} znamená kyanoskupinu nebo substituovanou karbamoylovou skupinu vzorce —CONHR¹¹, kde R¹¹ představuje methylovou nebo ethylovou skupinu, a zemědělsky upotřebitelné adiční soli těchto sloučenin obecné

ho vzorce III, v němž alespoň jeden ze symbolů R^5 , R^6 , R^7 , R^8 a R^9 znamená primární aminoskupinu s kyselinami.

Ve shora uvedené britské patentní publikaci jsou jako zvláště zajímavé herbicidy uvedeny následující sloučeniny obecného vzorce III:

- A 5-amino-4-kyan-1-(2,3,4-trichlorfenyl)-pyrazol
- B 5-amino-4-kyan-1-(2-nitro-4-trifluormethylfenyl)pyrazol
- C 5-amino-4-kyan-1-(2,4-dichlorfenyl)-pyrazol
- D 5-amino-1-(2-brom-3,4-dichlorfenyl)-4-kyanpyrazol
- E 5-amino-4-kyan-1-(3,4-dichlor-2-methylfenyl)pyrazol
- F 5-amino-1-(3-brom-2,4-dichlorfenyl)-4-kyanpyrazol
- G 5-amino-4-kyan-1-(2,4-dichlor-3-methylfenyl)pyrazol
- H 5-amino-4-kyan-1-(2,4-dichlor-3-methoxyfenyl)pyrazol
- I 5-amino-4-kyan-1-(3-kyan-2,4-dichlorfenyl)pyrazol
- K 5-amino-1-(4-brom-2,3-dichlorfenyl)-4-kyanpyrazol
- L 5-amino-4-kyan-1-(2,3-dichlor-4-methylfenyl)pyrazol
- M 5-amino-4-kyan-1-(4-brom-2-chlor-3-methylfenyl)pyrazol
- N 5-amino-4-kyan-1-(2-chlor-3,4-dimethylfenyl)pyrazol
- P 5-amino-4-kyan-1-(2-chlor-3-kyan-4-methylfenyl)pyrazol
- Q 5-amino-1-(3-chlor-2,4-dibromfenyl)-4-kyanpyrazol
- R 5-amino-1-(3-chlor-2,4-dimethylfenyl)-4-kyanpyrazol
- S 5-amino-1-(2-brom-4-chlor-3-methylfenyl)-4-kyanpyrazol
- T 5-amino-1-(4-chlor-2,3-dimethylfenyl)-4-kyanpyrazol
- U 5-amino-1-(4-chlor-3-kyan-2-methylfenyl)-4-kyanpyrazol
- V 5-amino-4-kyan-1-(2,4,5-trichlorfenyl)-pyrazol

- W 5-amino-4-kyan-1-(2,4,6-trichlorfenyl)-pyrazol
- X 5-amino-4-kyan-1-(2,3,4,5-tetrachlorfenyl)pyrazol
- Y 5-amino-4-kyan-1-(2,3,4,6-tetrafluorfenyl)-pyrazol
- Z 5-amino-4-kyan-1-pentachlorfenylpyrazol
- AA 5-amino-4-kyan-1-pentafluorfenylpyrazol
- BB 5-amino-4-kyan-1 (4-trifluormethylfenyl)pyrazol
- CC 5-amino-4-kyan-1-(3-chlor-2,4-difluorfenyl)pyrazol
- DD 5-amino-4-N-methylkarboxamido-1-(2,3,4-trichlorfenyl)pyrazol
- EE 5-amino-4-N-ethylkarboxamido-1-(2,3,4-trichlorfenyl)pyrazol.

Označení shora uvedených sloučenin písmeny A až H, J až N a P až EE slouží k jednodušší identifikaci těchto látek v následujícím textu.

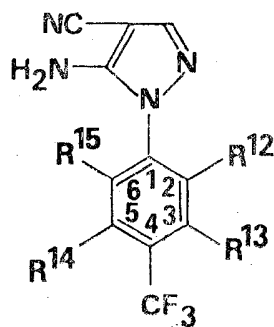
Zvlášť výhodnými sloučeninami podle shora citované britské patentní publikace jsou sloučenina C a zejména pak sloučeniny D až H, J až N a P až U, a zvláště pak sloučenina A.

V evropské přihlášce vynálezu č. 0 026 034 je rovněž popsáno, že sloučenina W [5-amino-4-kyan-1-(2,4,6-trichlorfenyl)pyrazol] vykazuje cenné herbicidní vlastnosti.

Jako výsledek dalšího rozsáhlého výzkumu a experimentální práce bylo nyní zjištěno, že je-li substituentem R₁ na pyrazolovém kruhu sloučenin obecného vzorce II fenylová skupina substituovaná v poloze 4 trifluormethylovou skupinou, v poloze 2 atomem chloru nebo fluoru a popřípadě v polohách 3, 5 a 6 atomy fluoru nebo chloru, jak je ještě blíže popsáno dále, vykazují takovéto sloučeniny neočekávaně mimořádně výhodnou herbicidní účinnost ve srovnání s herbicidně účinnými deriváty N-fenylpyrazolu popsanými ve shora citované britské patentní publikaci a s jinými úzce příbuznými sloučeninami známými z dosavadního stavu techniky.

V souladu s tím popisuje vynález nové her-

bicidně účinné deriváty N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV



(IV)

ve kterém

R¹² znamená atom chloru,
R¹³ představuje atom vodíku, fluoru nebo chloru,
R¹⁴ znamená atom vodíku nebo fluoru a
R¹⁵ představuje atom vodíku, fluoru nebo chloru, s tím, že znamená-li R¹⁴ atom fluoru, představuje R¹⁵ atom fluoru nebo chloru, nebo že R¹², R¹³ a R¹⁵ znamená vždy atom fluoru a R¹⁴ představuje atom vodíku nebo fluoru.

Znamená-li R¹³ atom vodíku, představuje R¹⁴ s výhodou atom vodíku.

Mezi reprezentativní sloučeniny obecného vzorce IV podle vynálezu náleží

5-amino-1-(2-chlor-4-trifluormethylfenyl)-4-kyanpyrazol (dále označovaný jako sloučenina č. 1),

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol (dále označovaný jako sloučenina č. 2),

5-amino-4-kyan-1-(2,3,6-trichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol (dále označovaný jako sloučenina č. 3) a

5-amino-4-kyan-1-(2,3,5,6-tetrafluor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol (dále označovaný jako sloučenina č. 4).

V následující části jsou popsány testy herbicidní účinnosti. Při těchto testech, prováděných s reprezentativními sloučeninami obecného vzorce III, popsanými v britské patentní publikaci č. 2 070 604 A, s úzce pří-

buzným 1-fenyl-4-kyan-5-amino-pyrazolem konkrétně popsaným v japonské přihlášce vynálezu č. 29 598/63 (publikována pod č. 19 958/65 — Derwent Basic No. G 3904) (testovaná látka CC1), s úzce příbuzným 5-amino-4-kyan-1-(2,3,4-trichlorfenyl)-3-methyl-pyrazolem (testovaná látka CC2) a s reprezentativními sloučeninami obecného vzorce IV (sloučeniny č. 1, 2, 3 a 4), byly zjištěny níže uvedené výsledky.

Pokus 1

(1) Test účinnosti na hubení plevelů

(a) Obecný postup

Testované látky A až H, J až N a P až EE, CC1, CC2, č. 1, 2, 3 a 4 (jak byly definovány výše) se rozpustí v acetonu. Aplikace se provádí pomocí standardního laboratorního zařízení pro aplikaci herbicidů postřikem, za použití ploché vějířové trysky pohybující se rychlostí 2,6 km/h, v dávkce odpovídající 530 litrům postřikové kapaliny na hektar, (postřik se děje pod tlakem 0,28 MPa). Roztoky testovaných sloučenin A až H, J, K, M, N a Q až EE, CC1 a CC2 se připravují tak, že se 0,513 g testované sloučeniny rozpustí v acetonu a dalším acetonem se objem roztoku doplní na 34 ml [1,5 % (hmotnost/objem)], což odpovídá spotřebě účinné látky 8 kg/ha.

Z těchto základních roztoků se dalším ředěním acetonem připravují roztoky, jejichž aplikací se dosáhne spotřeb testovaných sloučenin 4, 2, 1, 0,5, 0,25 a 0,125 kg/ha, s výjimkou testovaných látek C, W, AA, BB, DD, EE a CC1, u nichž se připravují roztoky jejichž aplikací se dosáhne spotřeb 8, 4, 2, 1 a 0,5 kg/ha. Roztoky testovaných látek L a P se připraví obdobně ale za použití 0,128 gramů testované látky, čímž se získají roztoky, jejichž aplikací se dosáhne spotřeb 2, 1, 0,5, 0,25 a 0,125 kg/ha. Obdobně se za použití vždy 0,128 g testovaných látek č. 1, 2 a 4 připraví roztoky, jejichž aplikací se dosáhne spotřeb 2, 1, 0,5, 0,25, 0,125, 0,0625, 0,0312 a 0,0156 kg/ha. Obdobně se připraví roztoky testované sloučeniny č. 3, a to za použití 0,064 g této látky, přičemž se získají roztoky, jejichž aplikací se dosáhne spotřeb 1, 0,5, 0,25, 0,125, 0,0625, 0,0312 a 0,0156 kg/ha.

(b) Hubení plevelů — preemergentní aplikace

Semena plevelů se zasijí na povrch kompostovky John Innes č. 1 (7 objemových dílů sterilizované hlíny, 3 objemové díly rašeliny a 2 objemové díly jemně drceného

šterku), předložené v papírových hrnečcích o průměru 9 cm, napuštěných živici. Dávky semen na jednotlivé hrnky jsou uvedeny v následujícím přehledu:

druh plevelu	přibližný počet semen na hrnek
(i) širokolisté plevely	
<i>Sinapis arvensis</i>	30—40
<i>Polygonum lapathifolium</i>	30—40
<i>Stellaria media</i>	30—40
(ii) Travnaté plevely	
<i>Avena fatua</i>	15—20
<i>Alopecurus myosuroides</i>	30—40
<i>Echinochloa crus-galli</i>	20—30

Testované sloučeniny se aplikují na nepokrytá semena [viz výše uvedený odstavec (1) (a)] v dávkách od 0,125 do 8 kg/ha, s výjimkou testovaných látek L a P, které se aplikují v dávkách 0,125 až 2 kg/ha, s výjimkou testovaných látek C, W, AA, BB, DD, EE a CC1, které se aplikují v dávkách od 0,5 do 8 kg/ha, s výjimkou testovaných sloučenin č. 1, 2 a 4, které se aplikují v dávkách od 0,0156 do 2 kg/ha a s výjimkou testované látky č. 3, která se aplikuje v dávkách od 0,0156 do 1 kg/ha. Semena se po postřiku pokryjí 25 ml ostrého písku. Pro každé ošetření a pro každý druh plevelu se používá jeden hrnek, přičemž se dále provádí kontrolní pokusy s neošetřenými hrnkami a kontrolní pokusy s hrnkami ošetřenými pouze postřikem acetonem. Po provedeném ošetření se hrnky umístí do skleníku a svrchu se zavlažují. Za 19 až 28 dnů po postřiku se vizuálně vyhodnotí účinky na hubení plevelů. Zjištěné výsledky se vyjadřují jako minimální účinné dávky (MED) v kg/ha, při nichž dochází k 90% potlačení růstu nebo k zničení plevelů v porovnání s kontrolními pokusy. Dosažené výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce I.

(c) Hubení plevelů — postemergentní aplikace

Jednotlivé druhy plevelů se předpěstují a pak se přesázejí do kompostovky John Innes č. 1, předložené v papírových hrnečcích o průměru 9 cm, napuštěných živici, s výjimkou ovsa hluchého (*Avena fatua*), který se nepřesazuje, ale přímo se vysévá do hrnků, v nichž se test provádí. Rostliny se pak dále pěstují ve skleníku až do doby, kdy je lze ošetřovat postřikem testovanými sloučeninami. Počet rostlin na hrnek a růstová stadia rostlin v době postřiku jsou uvedeny v následujícím přehledu:

druh plevelu

počet rostlin na hrnek

růstové stadium v době
postřiku

(i) širokolisté plevely

<i>Polygonum lapathifolium</i>	5	1—1 1/2 páru listů
<i>Stellaria media</i>	5	4—6 listů
<i>Abutilon theophrasti</i>	3	2 páry listů

(ii) travnaté plevely

<i>Avena fatua</i>	10	1 list
<i>Alopecurus myosuroides</i>	5	1 1/2 listu
<i>Echinochloa crus-galli</i>	5	1—2 listy

Testované sloučeniny se aplikují na rostliny způsobem uvedeným výše v odstavci (1) (a) v dávkách od 0,125 do 8 kg/ha, s výjimkou testovaných látek L a P, které se aplikují v dávkách 0,125 až 2 kg/ha, s výjimkou testovaných látek C, W, AA, BB, DD, EE, a CCl, které se aplikují v dávkách od 0,5 do 8 kg/ha, s výjimkou testovaných látek č. 1, 2 a 4, které se aplikují v dávkách od 0,0156 do 2 kg/ha, a s výjimkou testované látky č. 3, která se aplikuje v dávkách od 0,0156 do 1 kg/ha.

Pro každé ošetření a pro každý druh plevelu se používá jeden hrnek, přičemž se dále provádějí kontrolní pokusy s neošetřenými hrnkami a kontrolní pokusy s hrnkami ošetřenými pouze samotným acetonem. Po postřiku se hrnky svrchu zavlažují (počínaje 24 hodiny po postřiku).

Vyhodnocení účinku na růst plevelů se provádí za 19 až 28 dnů po postřiku tak, že se zaznamenává počet zničených rostlin a

potlačení růstu. Zjištěné výsledky se vyjadřují jako minimální účinné dávky (MED) v kg/ha, při nichž dochází k 90% potlačení růstu plevelů nebo k zničení plevelů v porovnání s rostlinami v kontrolním hrnci. Dosažené výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce II.

V následujících tabulkách jsou jednotlivé druhy plevelů označovány zkratkami s následujícími významy:

(a) travnaté plevely:

Am = *Alopecurus myosuroides*Af = *Avena fatua*Ec = *Echinochloa crus-galli*

(b) širokolisté plevely:

Sm = *Stellaria media*Pl = *Polygonum lapathifolium*Sa = *Sinapis arvensis*At = *Abutilon theophrasti*

Tabulka I

testovaná látká	MED (kg/ha) při preemergentní aplikaci					
	Pl	Sa	Sm	Am	Af	Ec
A	0,25	0,125	0,5—1	0,5	0,5—1	0,125—0,25
B	0,5—1	0,5	>8	2	2—4	1—2
C	0,5—1	0,5—1	8	4	4	1
D	0,5—1	0,25—0,5	4—8	2	4	1
E	1	1—2	2—4	2—4	2—4	0,5—1
F	0,5—1	0,5—1	2	2—4	1—2	0,5—1
G	0,25—0,5	0,25—0,5	0,5	1—2	1—2	0,25—0,5
H	0,5—1	2	1	2	1—2	2
J	0,5	0,5—1	4—8	2	1—2	1
K	1	0,5	1—2	2—4	2—4	1
L	0,5	1	≥2	>2	>2	1—2
M	1	0,5—1	>8	4	4	0,5—1
N	0,125—0,25	0,25	8	4	2—4	0,25—0,5
P	1	≥2	NR	NR	NR	2
Q	4	4	4	4—8	4—8	4—8
R	1—2	4—8	>8	2—4	2—4	1—2
S	1—2	0,5—1	2—4	4	4	4
T	0,5—1	2—4	4—8	0,5—1	2—4	2—4
U	2	4—8	4—8	2—4	>8	2
V	1	2	8	8	4—8	1
W	0,5—1	<0,5	2	2—4	0,5—1	0,5—1
X	2	1—2	0,5	2—4	2—4	2
Y	0,5	1,0	4—8	2—4	2	0,5—1

testovaná látka	MED (kg/ha) při preemergentní aplikaci					
	Pl	Sa	Sm	Am	Af	Ec
Z	2—4	1—2	≥8	2—4	4—8	1
AA	1—2	1,0	8	2—4	1—2	1
BB	1—2	4	4—8	2—4	4	1—2
CC	1	4	≥8	4	4	1
DD	4	1	8	≥8	NR	>8
EE	NR	2—4	NR	NR	NR	≥8
CC1	8	≥8	8	NR	NR	≥8
CC2	NR	NR	NR	NR	NR	NR
č. 1	0,0312— —0,0625	0,0312— —0,0625	0,5—1	0,25—0,5	0,25	0,25
č. 2	0,0156— —0,0312	<0,0156	0,0625— —0,125	0,25—0,5	0,25—0,5	0,125
č. 3	0,125—0,25	0,0156— —0,0312	0,0625	1,0	0,25—0,5	0,5
č. 4	0,0156— —0,0312	0,0156	0,25	0,5	0,0312— —0,0625	0,125

Tabulka II

testovaná látka	MED (kg/ha) při postemergentní aplikaci					
	At	Pl	Sm	Am	Af	Ec
A	0,125	0,125	1—2	4—8	4—8	2—4
B	0,125	0,5	>8	≥8	>8	8
C	<0,5	<0,5	≥8	>8	>8	4
D	0,125—0,25	0,125—0,25	2—4	>8	≥8	>8
E	<0,125	<0,125	2	≥8	>8	8
F	0,125—0,25	0,25—0,5	0,5—1	NR	≥8	>8
G	<0,125	0,25—0,5	4—8	≥8	>8	4
H	0,25	0,125—0,25	0,25	>8	8	1—2
J	<0,125	<0,125	NR	>8	>8	1—2
K	0,25—0,5	0,125—0,25	2	NR	>8	>8
L	<0,125	0,25—0,5	>2	≥2	≥2	2
M	0,125—0,25	0,25—0,5	>8	NR	≥8	>8
N	0,125—0,25	0,25—0,5	NR	≥8	≥8	8
P	0,125—0,25	0,5—1	≥2	≥2	≥2	NR
Q	0,125—0,25	0,25	4—8	≥8	≥8	≥8
R	0,125—0,25	0,25—0,5	NR	≥8	≥8	>8
S	0,125—0,25	0,25—0,5	1—2	NR	≥8	>8
T	0,5—1	0,5—1	NR	≥8	>8	>8
U	1—2	0,5—1	≥8	≥8	≥8	>8
V	0,25—0,5	0,5	≥8	≥8	≥8	>8
W	<0,5	<0,5	≥8	>8	8	2—4
X	0,5—1	0,5—1	2	NR	NR	>8
Y	0,125—0,25	0,25—0,5	≥8	8	4—8	2
Z	0,5—1	1—2	NR	>8	NR	>8
AA	<0,5	<0,5	NR	8	4	2—4
BB	1	0,5—1	NR	≥8	≥8	4—8
CC	2—4	2	NR	≥8	>8	4
DD	1—2	>8	NR	NR	NR	≥8
EE	4—8	8	NR	NR	NR	≥8
CC1	≥8	≥8	NR	≥8	≥8	NR
CC2	NR	NR	NR	NR	≥8	NR
č. 1	<0,0156	0,0156— —0,0312	0,25	≥2	>2	0,5—1
č. 2	<0,0156	<0,0156	0,0156— —0,0312	>2,0	2,0	0,5
č. 3	0,0156— —0,0312	0,0312— —0,0625	0,0625	≥1,0	≥1,0	1,0
č. 4	<0,0156	<0,0156	0,0625	2,0	0,5—1	0,125

Jednotlivé symboly, vyskytující se ve shora uvedených tabulkách, mají následující významy:

≥ = mnohem větší než

> = větší než

< = menší než

NR = žádné potlačení růstu při libovolné z aplikovaných dávek

Pokus 2

Srovnání účinnosti sloučenin 1, 2 a 4 se sloučeninou A proti *Galium aparine*, *Veronica persica* a *Viola arvensis* při postemergentní aplikaci

Plevely *Galium aparine*, *Veronica persica* a *Viola arvensis* jsou rezistentní vůči herbicidům typu fenylmočoviny, jimiž jsou preparáty isoproturon a chlortoluron, v aplikacích dávkách, v nichž se tyto dva her-

bicidy normálně používají k potlačování růstu širokolistých plevelů v obilovinách. Rozsáhlé používání preparátů isoproturon a chlortoluron, zejména v západní Evropě, vedlo k tomu, že tyto tři druhy plevelů představují zvlášť důležitý a obtížný problém v oblasti potírání plevelů v ozimých obilninách.

Provedení testu

Všechny druhy plevelů se pěstují v kompostovce John Innes (7 objemových dílů sterilizované hlíny, 7 objemové hlíny rašeliny a 2 objemové díly jemně drceného štěrku). Ve stadiu děložních lístků se rostliny přepíchnají do papírových hrnků o průměru 9 cm, napuštěných živici, a v těchto hrncích se dále pěstují. V následujícím přehledu je uvedeno rostlin v době aplikace testovaných sloučenin:

druh plevelu	výška (cm)	počet listů	počet rostlin na hrnek
<i>Galium aparine</i>	4 až 9	3 až 5 (přesleny)	2
<i>Veronica persica</i>	2 až 4	5 až 6	3
<i>Viola arvensis</i>	2 až 3	3 až 4	3

Aplikace testovaných sloučenin se provádí pomocí standardního laboratorního zařízení pro aplikaci herbicidů postřikem, za použití ploché vějířové trysky pohybující se rychlostí 2,6 kg/h, v dávce odpovídající 260 litrům postřikové kapaliny na hektar (postřik se děje pod tlakem 0,21 MPa). Roztoky sloučenin č. 1, 2 a 4 a sloučeniny A se připravují tak, že se 0,154 g testované sloučeniny rozpustí v acetonu a dalším acetonem se objem roztoku doplní na 40 ml, což odpovídá spotřebě účinné látky 1 kg/ha. Z těchto základních roztoků se dalším ředěním acetonem připravují roztoky, jejichž aplikace se dosáhne spotřeb testovaných sloučenin 0,5, 0,25, 0,125, 0,0625 a 0,0312 kg/ha.

Každé ošetření se pro každý druh pleve-

lu opakuje na 3 hrncích, přičemž se dále provádí kontrolní pokusy s neošetřenými hrnkami a kontrolní pokusy s hrnkami ošetřenými pouze postřikem acetonem. Po provedeném ošetření se hrnky udržují ve skleníku a svrchu se zavlažují, počínaje 24 hodiny po postřiku. Za 28 dnů po postřiku se zjistí potlačení růstu plevelů zaznamenáním počtu zničených rostlin. Výsledky zjištěné v jednotlivých opakovaných pokusech se zprůměrují a zjištěné průměrné výsledky se vyjadřují jako dávky jednotlivých testovaných sloučenin, při jejichž aplikaci dojde k 90% zničení rostlin (ED_{90} kg/ha). Dosažené výsledky jsou uvedeny v následující tabulce III.

Tabulka III

testovaná látka	ED_{90} kg/ha (průměr ze tří opakování)		
	<i>Galium aparine</i>	<i>Veronica persica</i>	<i>Viola arvensis</i>
sloučenina č. 1	0,29	0,11	0,09
sloučenina č. 2	0,23	0,10	0,09
sloučenina č. 4	0,09	0,09	0,08
sloučenina A	0,75	0,29	0,31

Pokus 3

Hubení *Galium aparine* v ozimé pšenici za použití sloučenin č. 1 a 2 a sloučeniny A

Provedení testu

Z následujících složek se připraví preparáty ve formě smáčitelných prášků:

složka	% (hmotnost/hmotnost)
(A) sloučenina A	50
Arylan S90 (natrium-dodecyl-benzensulfonát)	3
Sopropen T.36 (natrium-polykarboxylát)	1
Belloid TD (kondenzační produkt natrium-naftalensulfonátu a formaldehydu)	5
mikronizovaný oxid křemičitý jako plnidlo	do 100
(B) sloučenina č. 1	20
Nekal BX (natrium-alkyl-naftalensulfonát)	10
natrium-lignosulfát	3
Sopropen T.36	0,5
mikronizovaný oxid křemičitý	do 100
(C) sloučenina č. 2	20
Nekal BX	10
natrium-lignosulfát	3
Sopropen T.36	0,5
mikronizovaný oxid křemičitý	do 100

Tyto smáčitelné prášky se zředí vodou a ve 217,2 litru postřikové kapaliny na hektar se aplikují na pokusná políčka o rozměru 2,5 × 2,5 m se vzešlou ozimou pšenicí (odrůda Avalon, růstové stadium: výška cca 15

centimetrů, 5 rozvinutých listů, hlavní výhon a 4 odnože, nepravý stonek vztyčený), a Galium aparine (růstové stadium: výška cca 7,5 cm se 2 rozvětveními a 3 rosetami, až cca 20 cm se 7 až 8 rozvětveními), přičemž každé ošetření se dvakrát opakuje.

Jednotlivé testované sloučeniny se aplikují v následujících dávkách:

sloučenina A:

0,5, 1 a 2 kg/ha

sloučenina č. 1:

0,125, 0,25, 0,5 a 1 kg/ha

sloučenina č. 2:

0,125, 0,25, 0,5 a 1 kg/ha.

Za 6 dnů po postřiku se na každém ošetřeném políčku vizuálně zjistí vyhubení Galium aparine v procentech a poškození pšenice v procentech, v porovnání s nepostříkanými kontrolními políčky. Pro každou dvojici políček, na nichž se pokus opakoval, se vypočte střední hodnota vyhubení Galium aparine v procentech a střední hodnota poškození pšenice v procentech. Dosažené výsledky jsou uvedeny v následující tabulce IV.

V době vyhodnocování je pšenice v následujícím růstovém stadium: výška cca 20 cm, 6 hlavních listů, hlavní výhon a 4 odnože, znatelné první nodium.

Tabulka IV

testovaná látka	aplikační dávka kg/ha	vyhubení Galium aparine v procentech	poškození ozimé pšenice v procentech
sloučenina A	0,5	90	5
	1	93	13
	2	98	18
sloučenina č. 1	0,125	70	0
	0,25	83	0
	0,5	93	3
	1	100	5
sloučenina č. 2	0,125	90	0
	0,25	95	0
	0,5	98	8
	1	98	5

Z výše uvedených experimentálních výsledků jasně vyplývají cenné herbicidní vlastnosti sloučenin obecného vzorce IV a překvapivý a neočekávaný vyšší herbicidní účinek, zejména při postemergentní aplikaci, který vykazují sloučeniny obecného vzorce IV ve srovnání se sloučeninami obecného vzorce III, například se sloučeninami A, B, C, V, W, X, Y, Z, AA a BB, s úzce příbuzným 1-fenyl-4-kyan-5-aminopyrazolem popsaným v japonské přihlášce vynálezu č. 29 598/63 a s úzce příbuzným 5-amino-4-kyan-1-(2,3,4-trichlorfenyl)-3-methylpyrazolem, v němž substituce polohy 3 pyrazolového kruhu alkylem (methylem) jak je popsáno v japonské přihlášce vynálezu č.

29 598/63, je kombinována se substitucí polohy 1 pyrazolového kruhu substituovanou fenylovou skupinou (2,3,4-trichlorfenylovou skupinou), o kteréžto kombinaci bylo zjištěno, že se podílí na vysoké herbicidní účinnosti v případě sloučenin obecného vzorce III.

Z pokusu 1 zejména vyplývá, že při postemergentní aplikaci jsou sloučeniny č. 1, 2, 3 a 4 nejméně dvakrát až více než osmkrát účinnější než sloučenina A pokud jde o potlačování růstu důležitých plevelů Polygonum lapathifolium, sloučeniny č. 1, 2, 3 a 4 jsou alespoň čtyřikrát až více než šestnáskrát účinnější, než sloučenina A a nejméně 32krát až více než 60krát účinnější

než sloučenina W, pokud jde o potlačování růstu důležitého plevelu *Stellaria media*, sloučeniny č. 1, 2, 3, a 4 jsou nejméně čtyřikrát až více než osmkrát účinnější než sloučenina A a sloučeniny č. 1, 3 a 4 jsou nejméně osmkrát až více než šestnáctkrát účinnější než sloučenina W pokud jde o potlačování růstu *Abutilon theophrasti* a sloučeniny č. 1, 2, 3 a 4 jsou nejméně dvakrát až více než osmkrát účinnější než sloučeniny A a W pokud jde o potlačování růstu *Echinochloa crus-galli*. Pokus 2 dále dokládá, že sloučenina č. 1 je více než dvakrát účinnější, sloučenina č. 2 více než třikrát účinnější a sloučenina č. 4 více než osmkrát účinnější než sloučenina A pokud jde o potlačování růstu *Galium aparine*, že sloučeniny č. 1, 2 a 4 jsou dvakrát až třikrát účinnější než sloučenina A pokud jde o potlačování růstu *Veronica persica* a že sloučeniny č. 1, 2 a 4 jsou nejméně třikrát účinnější než sloučenina A pokud jde o potlačování růstu *Viola arvensis*, vesměs při postemergentní aplikaci.

Pokus 3 dokládá vysokou účinnost a selektivitu sloučeniny č. 1 a zejména pak sloučeniny č. 2 pokud jde o potlačování růstu velmi důležitého plevelu, jímž je *Galium aparine*, v kultuře ozimé pšenice.

Tak sloučenina č. 1 je dvakrát účinnější a sloučenina č. 2 je nejméně čtyřikrát účinnější než sloučenina A pokud jde o potlačování růstu *Galium aparine*, přičemž sloučeniny č. 1 a 2 podstatně méně poškozují ozimou pšenici než sloučenina A.

Vynález tedy rovněž popisuje způsob potlačování růstu plevelů [tj. nežádoucí vegetace] na určitém místě, který spočívá v tom, že se na toto místo aplikuje herbicidně účinné množství alespoň jednoho derivátu N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV. K tomuto účelu se deriváty N-fenylpyrazolu normálně používají ve formě herbicidních prostředků [tj. v kombinaci s kompatibilními ředidly nebo nosiči vhodnými pro použití v herbicidních prostředcích] jak jsou například popsány níže.

Sloučeniny obecného vzorce IV vykazují herbicidní účinnost proti dvojděložným [tj. širokolistým] a jednoděložným [například travnatým] plevelům, a to při preemergentní nebo/a postemergentní aplikaci.

Výrazem „preemergentní aplikace“ se míní aplikace do půdy, v níž jsou přítomny semena nebo klíčící rostliny plevelů, před vzejitím plevelů nad povrch půdy. Výrazem „postemergentní aplikace“ se míní aplikace na nadzemní části plevelů nebo části plevelů vystavené kontaktu s herbicidem, vzešlé nad povrch půdy.

Tak například je možno sloučeniny obecného vzorce IV používat k potlačování růstu širokolistých plevelů, jako jsou například:

Abutilon theophrasti (abutilon),
Amaranthus retroflexus (laskavec ohnutý),

Amsinckia intermedia,
Anagallis arvensis (drchnička rolní),
Atriplex patula (lebeda rozkladitá),
Brassica nigra (brukev černohořčice),
Capsella bursa-pastoris (kokoška pastuší tobolka),
Chenopodium album (merlík bílý),
Chrysanthemum segetum (kopretina osenní),
Cirsium arvense (pcháč rolní),
Datura stramonium (durman panenská okurka),
Desmodium tortuosum,
Emex australis,
Euphorbia helioscopia (prýsec kolovratec),
Fumaria officinalis (zemědým lékařský),
Galeopsis tetrahit (konopice napuchlá),
Galium aparine (svízel přitula),
Geranium dissectum (kakost dlanitosečný),
Ipomoea purpurea (povijnice),
Lamium purpureum (hluchavka),
Lapsana communis (kapustka obecná),
Matricaria inodora (heřmáněk nevonný),
Monochoria vaginalis,
Papaver rhoeas (mák vlní),
Physalis longifolia (mochyně),
Plantago lanceolata (jitrocel kopinatý),
Polygonum spec. (rdesno), například *Polygonum lapathifolium*, *Polygonum aviculare*, *Polygonum convolvulus* a *Polygonum persicaria*,
Portulaca oleracea (šrucha zelná),
Raphanus raphanistrum (ředkev ohnice),
Rotala indica,
Rumex obtusifolius (šťovík),
Saponaria vaccaria (mydlice),
Scandix pecten-veneris (vochlice hřebenitá),
Senecio vulgaris (starček obyčejný),
Sesbania florida,
Sida spinosa,
Silene alba (silenka),
Sinapis arvensis (hořčice rolní),
Solanum nigrum (lilek černý),
Sonchus arvensis (mléč rolní),
Spergula arvensis (kolenec rolní),
Stellaria media (ptačinec žabinec),
Thlaspi arvense (penízek rolní),
Tribulus terrestris (kotvičník zemní),
Urtica urens (kopřiva žahavka),
Veronica hederifolia (rozrazil břečťanolistý),
Veronica persica (rozrazil perský),
Viola arvensis (violka rolní) a
Xanthium strumarium (řepeň durkoman), a travnatých plevelů, jako jsou například:
Alopecurus myosuroides (psárka polní),
Apera spica-venti (chundelka metlice),
Agrostis stolonifera (psineček výběžkatý),
Avena fatua (oves hluchý),
Avena ludoviciana,
Brachiaria spec.,
Bromus sterilis (sveřep jalový),
Bromus tectorum (sveřep střešní),
Cenchrus spec.,
Cynodon dactylon (troskut prstnatý),
Digitaria sanguinalis (rosička krvavá),
Echinochloa crus-galli (ježatka kuří noha),
Eleusine indica (eleusin),

Setaria viridis (béz zelený) a
Sorghum halepense (širok halepský),
Sorghum halepense (širok halepský),

jakož i šáchorů, jako jsou například
Cyperus esculentus,
Cyperus iris a *Cyperus rotundus* a
Eleocharis acicularis.

Aplikovaná množství sloučenin obecného vzorce IV se mění v závislosti na charakteru plevelů, na použitých prostředcích, na době, kdy se aplikace provádí, na klimatických, a půdních podmínkách a na povaze užitkové plodiny v případě, že se potlačuje růst plevelů v kulturách užitkových plodin. Aplikují-li se sloučeniny podle vynálezu na plochy, kde se pěstují nebo budou pěstovat užitkové rostliny, mají se aplikovat v dávce postačující k potlačení růstu plevelů a nezpůsobující přitom významnější trvalé škody na užitkových rostlinách. S přihlédnutím k těmto faktorům se obecně dosahuje dobrých výsledků při aplikaci dávek mezi 0,01 kg a 10 kg účinné látky na hektar. Je ovšem třeba mít na zřeteli, že je možno sloučeniny podle vynálezu aplikovat i ve vyšších nebo nižších dávkách, v závislosti na příslušných okolnostech spojených s problematikou hubení plevelů.

Sloučeniny obecného vzorce IV je možno používat k selektivnímu potlačování růstu plevelů, například k potlačování růstu výše zmíněných druhů plevelů, a to jejich preemergentní nebo postemergentní, směrovanou nebo nesměrovanou aplikací, například směrovaným nebo nesměrovaným postřikem na místo zamořené plevelem, kterým je plocha jež se používá nebo bude používat k pěstování užitkových rostlin, například obilovin, jako jsou pšenice, ječmen, oves, kukuřice a rýže, sóji, fazolu obecného a polního, hrachu, vojtěšky, bavlníku, podzemnice olejné, lnu, cibule, mrkve, zelí, řepky olejky, slunečnice, řepy cukrové a trvalých či setých luk, a to před, nebo po zasetí užitkové rostliny nebo před či po vzejití užitkové rostliny.

K selektivnímu hubení plevelů na místech zamořených plevelem, jimiž jsou plochy, které se používají nebo budou používat k pěstování užitkových rostlin, například výše zmíněných užitkových rostlin, jsou zvlášť vhodné aplikační dávky pohybující se mezi 0,05 kg a 4,0 kg, s výhodou mezi 0,1 kg a 2,0 kg účinné látky na hektar.

Sloučeniny obecného vzorce IV je možno zejména používat k selektivnímu potlačování růstu širokolistých plevelů, například k potlačování růstu shora uvedených druhů širokolistých plevelů, a to pre- nebo postemergentní aplikací, zejména postemergentní aplikací nesměrovaným způsobem, například nesměrovaným postřikem, na plochu používanou k pěstování obilovin, například pšenice, ječmene, ovesa, kukuřice a rýže,

před nebo po vzejití jak plodiny, tak plevelů.

Sloučeniny obecného vzorce IV jsou zvlášť užitečné pro selektivní potírání růstu *Galium aparine*, *Veronica persica*, *Veronica hederifolia* a *Viola arvensis* postemergentní aplikací nesměrovaným způsobem, například nesměrovaným postřikem, na plochu používanou k pěstování obilovin, například pšenice, ječmene a ovesa, po vzejití jak plodiny, tak plevelů.

K tomuto účelu, tj. k selektivnímu hubení širokolistých plevelů preemergentní nebo postemergentní aplikací na plochu používanou k pěstování obilovin, jsou zvlášť vhodné aplikační dávky, pohybující se mezi 0,05 a 4,0 kg, s výhodou mezi 0,1 a 2,0 kg účinné látky na hektar.

V důsledku vysoké herbicidní účinnosti sloučenin odpovídajících obecnému vzorci IV, zejména sloučenin č. 1, 2 a 4 na *Galium aparine*, *Veronica persica* a *Viola arvensis*, jsou tyto látky zvlášť vhodné k postemergentní aplikaci v kombinaci s herbicidy typu fenylnmočovín, jako jsou isoproturon a chlortoluron, k hubení širokého spektra plevelů, zahrnujícího kromě tří shora zmíněných druhů rovněž *Matricaria inodora*, *Stellaria media*, *Galeopsis tetrahit*, *Avena fatua* a *Alopecurus myosuroides*, zejména ve vzešlé kultuře ozimé pšenice a ječmene. Pro tento účel jsou obecně vhodné aplikační dávky 0,125 až 0,5 kg/ha derivátu či derivátů N-fenylpyrazolu a 1,25 až 2,5 kg/ha isoproturonu nebo chlortoluronu.

Sloučeniny obecného vzorce IV lze rovněž používat k potlačování růstu plevelů, zejména plevelů uvedených výše, preemergentní nebo postemergentní aplikací v ovocných sadech a na plochách, kde se pěstují stromy, například v lesích, hájích a parcích, na plantážích, například na plantážích cukrové třtiny, palmy olejné a kaučukovníku. K tomuto účelu je možno zmíněné látky aplikovat směrovaným nebo nesměrovaným způsobem (například směrovaným nebo nesměrovaným postřikem) na plevele nebo na půdu, na níž se očekává jejich výskyt, a to před nebo po vysazení stromů nebo plantážních rostlin, v dávkách mezi 0,25 kg a 10,0 kg, s výhodou mezi 0,1 kg a 4,0 kg účinné látky na hektar.

Sloučeniny obecného vzorce IV lze rovněž používat k potlačování růstu plevelů, zejména plevelů uvedených výše, na místech, kde se užitkové rostliny nepěstují, kde je však nicméně žádoucí plevele hubit. Jako příklady takovýchto ploch lze uvést letiště, nezastavěné plochy průmyslových podniků, železnice, krajnice silnic, břehy řek, závlahových kanálů a jiných vodních cest, křovinaté porosty, úhory nebo nekultivovaná půda.

V daném případě jde zejména o plochy, na nichž je žádoucí potlačovat růst plevelů

za účelem snížení nebezpečí požárů. Při použití k těmto účelům, kdy se často žádá totální herbicidní účinek, se účinné látky normálně aplikují ve vyšších dávkách, než jaké se používají k ošetřování ploch, na nichž se pěstují užitkové rostliny, jak je popsáno výše. Přesné dávkování závisí na povaze ošetřované vegetace a na požadovaném efektu. K danému účelu je zvlášť vhodná preemergentní nebo postemergentní aplikace, s výhodou aplikace preemergentní, směrovaným nebo nesměrovaným způsobem (například směrovaným nebo nesměrovaným postřikem), za použití aplikačních dávek pohybuících se mezi 2,0 kg a 10,0 kg, s výhodou mezi 4,0 a 10,0 kg účinné látky na hektar.

Při použití k potlačování růstu plevelů preemergentní aplikací je možno sloučeniny obecného vzorce IV zpracovávat do půdy, na níž se očekává vzejití plevelů. Je pochopitelné, že používají-li se sloučeniny obecného vzorce IV k potlačování růstu plevelů postemergentní aplikací, tj. aplikací na nadzemní nebo nechráněné části vzešlých plevelů, přicházejí sloučeniny obecného vzorce IV normálně rovněž do styku s půdou, kde mohou projevovat svůj preemergentní účinek na později klíčící plevely nacházející se v půdě.

V případech, kdy se požaduje zvlášť dlouhodobé zničení plevelů, je možno v případě potřeby aplikaci sloučenin obecného vzorce IV opakovat.

Předmětem vynálezu je herbicidní prostředek obsahující 1 nebo několik derivátů N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV v kombinaci s (s výhodou homogenně dispergované) jedním nebo několika kompatibilními ředidly nebo nosiči použitelnými pro přípravu herbicidních prostředků (tj. ředidly nebo nosiči, které se v daném oboru obecně používají, jsou vhodné pro použití v herbicidních prostředcích a jsou kompatibilní se sloučeninou obecného vzorce IV).

Výraz „homogenně dispergovaný“ se používá k popisu prostředků, v nichž jsou sloučeniny obecného vzorce IV rozpuštěny v dalších komponentách. Výrazem „herbicidní prostředky“ se v širokém slova smyslu míní nejen preparáty vhodné k okamžitému použití jako herbicidy, ale i koncentráty, které je nutno před použitím ředit. Prostředky podle vynálezu s výhodou obsahují 0,05 až 90 % hmotnostních jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce IV.

Herbicidní prostředky mohou obsahovat ředidlo nebo/a nosič a povrchově aktivní činidlo (například smáčedlo, dispergátor nebo emulgátor). Povrchově aktivními činidly, která mohou být přítomna v herbicidních prostředcích podle vynálezu, mohou být povrchově aktivní činidla ionogenního nebo neionogenního typu, například sulforicinoleáty, kvartérní amoniové deriváty, produkty na bázi kondenzátů ethylenoxidu s nonylfenoly nebo oktylfenoly, nebo estery

karboxylových kyselin s anhydrosorbitoly, jejichž rozpustnost byla zjištěna etherifikací volných hydroxyskupin kondenzací s ethylenoxidem, soli esterů kyseliny sírové a sulfonových kyselin s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin, jako jsou dinonyl- a dioktyl-natriumsulfonosukcináty, a soli derivátů sulfonové kyseliny o vysoké molekulové hmotnosti s alkalickými kovy a kovy alkalických zemin, jako jsou lignosulfonáty sodné a vápenaté.

Herbicidní prostředky podle vynálezu mohou účelně obsahovat 0,05 až 10 % povrchově aktivního činidla, je-li to však žádoucí, mohou herbicidní prostředky podle vynálezu obsahovat i vyšší podíl povrchově aktivního činidla, například až do 15 % v kapalném emulgovatelném suspenzním koncentrátu a až do 25 % v kapalném koncentrátu rozpustném ve vodě.

Jako příklady vhodných pevných ředidel nebo nosičů lze uvést křemičitan hlinitý, mastek, kysličník hořečnatý, křemelinu, terciární fosforečnan vápenatý, práškový korek, adsorbující saze a hlinky, jako kaolin a bentonit. Pevné prostředky, které mohou mít formu popraší, granulátů nebo smáčitelných prášků, se s výhodou připravují rozemletím sloučenin obecného vzorce IV s pevnými ředidly nebo impregnací pevných ředidel či nosičů roztoky sloučenin obecného vzorce IV v těkavých rozpouštědlech, odpařením rozpouštědla a v případě potřeby rozemletím získaných produktů na prášky. Granulované prostředky je možno připravit tak, že se sloučeniny obecného vzorce IV, rozpuštěné v těkavých rozpouštědlech, adsorbují na pevná ředidla nebo nosiče v granulované formě a rozpouštědla se pak odpaří, nebo že se granulují shora popsaným postupem získané prostředky v práškové formě. Pevné herbicidní prostředky, zejména smáčitelné prášky, mohou obsahovat smáčedla nebo dispergátory (například smáčedla nebo dispergátory shora popsaných typů), které mohou rovněž, jsou-li pevné, sloužit jako ředidla nebo nosiče.

Kapalné prostředky podle vynálezu mohou být ve formě vodných, organických nebo vodně organických roztoků, suspenzí a emulzí, jež mohou obsahovat povrchově aktivní činidlo. Mezi vhodná kapalná ředidla pro přípravu kapalných prostředků náleží voda, acetofenon, cyklohexanon, isoforon, toluen, xylen a minerální, živočišné a rostlinné oleje, jakož i směsi těchto ředidel. Jako povrchově aktivní činidla, která mohou být přítomna v kapalných prostředcích, lze uvést ionogenní nebo neionogenní povrchově aktivní činidla (například povrchově aktivní činidla shora popsaných typů), která mohou, jsou-li kapalná, rovněž sloužit jako ředidla nebo nosiče.

Smáčitelné prášky a kapalné prostředky ve formě koncentrátů je možno ředit vodou nebo jinými vhodnými ředidly, například

minerálními nebo rostlinnými oleji, zejména pak v případě kapalných koncentrátů v nichž ředidlem nebo nosičem je olej, za vzniku preparátů vhodných k okamžitému použití. Je-li to žádoucí, lze prostředky obsahující sloučeninu obecného vzorce IV používat ve formě samoemulgovatelných koncentrátů obsahujících účinnou látku rozpouštědlem obsahujících emulgátory kompatibilní s účinnými látkami. Pouhým přidáním vody k takovýmto koncentrátům se pak získají preparáty vhodné k okamžitému použití.

Kapalné koncentráty, v nichž ředidlem nebo nosičem je olej, lze použít bez dalšího ředění, přičemž aplikace se provádí za pomoci elektrostatické postřikové techniky.

Herbicidní prostředky podle vynálezu mohou popřípadě rovněž obsahovat běžné pomocné látky, jako adheziva, ochranné koloidy, zahušťovadla, penetrační činidla, stabilizátory, komplexotvorná činidla, činidla proti spékání, barviva a inhibitory koroze. Tyto pomocné látky mohou rovněž sloužit jako nosiče nebo ředidla.

Výhodnými herbicidními prostředky podle vynálezu jsou vodné suspenzní koncentráty obsahující 10 až 70 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce IV, 2 až 10 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla, 0,1 až 5 % (hmotnost/objem) zahušťovadla a 15 až 87,9 % objemových vody, dále smáčitelné prášky obsahující 10 až 90 % (hmotnost/hmotnost) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce IV, 2 až 10 % (hmotnost/hmotnost) povrchově aktivního činidla a 10 až 88 % (hmotnost/hmotnost) pevného ředidla nebo nosiče, kapalné koncentráty rozpustné ve vodě, obsahující 10 až 30 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce IV, 5 až 25 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla a 45 až 85 % objemových rozpouštědla mísitelného s vodou, například dimethylformamidu, kapalné emulgovatelné suspenzní koncentráty obsahující 10 až 70 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce IV, 5 až 15 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla, 0,1 až 5 % (hmotnost/objem) zahušťovadla a 10 až 84,9 proc. objemových organického rozpouštědla, granuláty obsahující 2 až 10 % (hmotnost/hmotnost) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce IV, 0,5 až 2 % (hmotnost/hmotnost) povrchově aktivního činidla a 88 až 97,5 % (hmotnost/hmotnost) granulovaného nosiče, a emulgovatelné koncentráty obsahující 0,05 až 90 % (hmotnost/objem), s výhodou 1 až 60 % (hmotnost/objem) jedné nebo několika sloučenin obecného vzorce IV, 0,01 až 10 % (hmotnost/objem), s výhodou 1 až 10 % (hmotnost/objem) povrchově aktivního činidla a 9,99 až 99,94 %, s výhodou 39 až 98,99 % objemových organického rozpouštědla.

Herbicidní prostředky podle vynálezu mohou rovněž obsahovat sloučeniny obecného vzorce IV v kombinaci (s výhodou homogenně dispergované) s jednou nebo několika dalšími pesticidně účinnými sloučeninami a popřípadě s jedním nebo několika kompatibilními ředidly nebo nosiči použitelnými pro výrobu pesticidních prostředků, povrchově aktivními činidly a běžnými pomocnými látkami, jak je popsáno výše. Jako příklady dalších pesticidně účinných sloučenin, které mohou být obsaženy v herbicidních prostředcích podle vynálezu, nebo které je možno používat v kombinaci s herbicidními prostředky podle vynálezu, lze uvést herbicidy sloužící například k rozšíření spektra účinnosti, jako jsou

alachlor [α -chlor-2,6-diethyl-N-(methoxymethyl)acetanilid],

asulam [methyl-(4-aminobenzensulfonyl)-karbamát],

alloxydin Na [sodná sůl 2-(1-allyloxyaminobutyliden)-5,5-dimethyl-4-methoxykarbonylcyklohexan-1,3-dionu],

atrazin [2-chlor-4-ethylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazin],

barban [4-chlor-2-butinyl-N-(3-chlorfenyl)-karbamát],

benzoylprop-ethyl[ethyl-N-benzoyl-N-(3,4-dichlorfenyl)-2-aminopropionát],

bromoxynil (3,5-dibrom-4-hydroxybenzonitril),

butachlor[N-(butoxymethyl)- α -chlor-2,6-diethylacetanilid],

butylate [S-ethyl-N,N-diisobutyl(thiokarbamát)],

carbetamide [D-N-ethyl-2-(fenylkarbamoyloxy)propionamid],

chlorfenprop-methyl[methyl-2-chlor-3-(4-chlorfenyl)propionát],

chlorpropham [isopropyl-N-(3-chlorfenyl)-karbamát],

chlortoluron [N'-(3-chlor-4-methylfenyl)-N,N-dimethylmočovina],

cyanazine [2-chlor-4-(1-kyan-1-methylethylamino)-6-ethylamino-1,3,5-triazin],

cycloate [N'-cyklohexyl-N-ethyl-S-ethyl(thiokarbamát)],

2,4-D (2,4-dichlorfenoxycetová kyselina),

dalapon (2,2-dichlorpropionová kyselina),

2,4-DB [4-(2,4-dichlorfenoxy)máselná kyselina],

desmedipham [3-(ethoxykarbonylamino)fenyl-N-fenylkarbamát],

diallate [S-2,3-dichlorallyl-N,N-diisopropyl(thiokarbamát)],

dicamba (3,6-dichlor-2-methoxybenzoová kyselina),

dichlorprop [(±)-2-(2,4-dichlorfenoxy)propionová kyselina],

difenzoquat (1,2-dimethyl-3,5-difenylpyrazoliové soli),

dimefuron [4-[2-chlor-4-(3,5-dimethylureido)fenyl]-2-terc.butyl-1,3,4-oxadiazolin-5-on],

dinitramin (N¹,N¹-diethyl-2,6-dinitro-4-trifluormethyl-m-fenylendiamin),

diuron [N'-(3,4-dichlorfenyl)-N,N-dimethylmočovina],

EPTC [S-ethyl-N,N-dipropyl(thiokarbamát)],

ethofumesate (2-ethoxy-2,3-dihydro-3,3-dimethylbenzofuran-5-yl-methylsulfonát),

flampropisopropyl [isopropyl-(±)-2-(N-benzoyl-3-chlor-4-fluoranilino)propionát],

flampropmethyl [methyl-(±)-2-(N-benzoyl-3-chlor-4-fluoranilino)propionát],

fluormeturon [N'-(3-trifluormethylfenyl)-N,N-dimethylmočovina],

ioxynil (4-hydroxy-3,5-dijodbenzonitril),

isoproturon [N'-(4-isopropylfenyl)-N,N-dimethylmočovina],

linuron [N-(3,4-dichlorfenyl)-N-methoxy-N-methylmočovina],

MCPA (4-chlor-2-methylfenoxyoctová kyselina),

MCPB [4-(4-chlor-2-methylfenoxy)máselná kyselina],

mecoprop [(±)-2-(4-chlor-2-methylfenoxy)propionová kyselina],

metamitron [4-amino-3-methyl-6-fenyl-1,2,4-triazin-5(4H)-on],

methabenzthiazuron [N-(benzothiazol-2-yl)-N,N'-dimethylmočovina],

metribuzin [4-amino-6-terc.butyl-3-(methylthio)-1,2,4-triazin-5(4H)-on],

molinate [S-ethyl-N,N-hexamethylen(thiokarbamát)],

oxadiazon [3-(2,4-dichlor-5-isopropoxyfenyl)-5-terc.butyl-1,3,4-oxadiazolin-2-on],

paraquat [1,1'-dimethyl-4,4'-bipyridylové soli],

pebulate [S-propyl-N-butyl-N-ethyl(thiokarbamát)],

phenmedipham [3-(methoxykarbonylamino)fenyl-N-(3-methylfenyl)karbamát],

prometryn (4,6-bisisopropylamino-2-methylthio-1,3,5-triazin),

propachlor (α-chlor-N-isopropylacetanilid),

propanil [N-(3,4-dichlorfenyl)propionamid],

propham (isopropyl-N-fenylkarbamát),

pyrazon [5-amino-4-chlor-2-fenylpyridazin-3(2H)-on],

simazin (2-chlor-4,6-bisethylamino-1,3,5-triazin),

TCA (trichloroctová kyselina),

thiobencarb [S-(4-chlorbenzyl)-N,N-diethylthiolkarbamát],

triallate [S-2,3,3,3-trichlorallyl-N,N-diisopropyl(thiokarbamát)] a

trifluoralin (2,6-dinitro-N,N-dipropyl-4-trifluormethylanilin),

insekticidy, jako

carbaryl (1-naftyl-N-methylkarbamát),

syntetické pyrethroidy, jako permethrin a

cypermethrin, a fungicidy, jako

2,6-dimethyl-4-tridecylmorfolin,

methyl-N-(1-butylkarbamoylbenzimidazol-2-yl)karbamát,

1,2-bis(3-methoxykarbonyl2-thioureido)benzen,

isopropyl-1-karbamoyl-3-(3,5-dichlorfenyl)-hydantoin a

1-(4-chlorfenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1,2,4-triazol-1-yl)butan-2-on.

Dalšími biologicky účinnými látkami, které mohou být obsaženy v herbicidních prostředcích podle vynálezu nebo které je možno používat v kombinaci s těmito prostředky, jsou regulátory růstu rostlin, například sukcinamová kyselina, (2-chlorethyl)trimethylamoniumchlorid a 2-chlorethanfosfonová kyselina, nebo průmyslová hnojiva, například hnojiva obsahující dusík, draslík a fosfor, a stopové prvky, o nichž je známo, že jsou nezbytné k úspěšnému vývoji rostlin, jako například železo, hořčík, zinek, mangan, kobalt a měď.

Herbicidní prostředky podle vynálezu, které obsahují sloučeniny obecného vzorce IV, zejména pak sloučeniny č. 1, 2 a 4 v kombinaci (s výhodou homogenně dispergované) s isoproturonem a chlortoluronem, a popřípadě jeden nebo několik kompatibilních nosičů, ředidel, povrchově aktivních činidel a běžných pomocných látek použitelných k přípravě pesticidních prostředků, zejména pak derivát či deriváty N-fenylpyrazolu, isoproturon nebo chlortoluron v hmotnostním poměru od 1 : 2,5 do 1 : 20, jsou zvláště vhodné pro postemergentní aplikaci k potlačení růstu *Galium aparine*, *Veronica persica*, *Veronica hederifolia*, *Viola arvensis*, *Matricaria inodora*, *Stellaria media*, *Galeopsis tetrahit*, *Avena fatua* a *Alopecurus myosuroides*, zejména ve vzešlé kultuře ozimé pšenice a ječmene.

Pesticidně účinné látky a další biologicky aktivní materiály, které je možno přidávat do herbicidních prostředků podle vynálezu nebo používat v kombinaci s herbicidními prostředky podle vynálezu, jako například shora zmíněné látky, se v případě, že mají kyselý charakter, mohou popřípadě používat ve formě obvyklých derivátů, například solí s alkalickými kovy, solí s aminy a esterů.

Vynález rovněž zahrnuje výrobky na bázi alespoň jednoho z derivátů N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV, nebo výhodně shora popsaného herbicidního prostředku, zejména herbicidního koncentrátu, který je

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluor-methylfenyl)pyrazol

Ethylan KEO (kondenzační produkt nonylfenolu a ethylenoxidu, obsahující 9 až 10 mol ethylenoxidu na každý mol fenolu) dimethylformamid

Shora uvedený prostředek se připraví tak, že se Ethylan KEO rozpustí v části dimethylformamidu, přidá se účinná látka a směs se za míchání zahřívá až do rozpuštění pevných složek. Výsledný roztok se přidáním zbývajících částí dimethylformamidu upraví na objem odpovídající 100 %.

nutno před použitím ředit, obsahující alespoň jeden derivát N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV nebo shora zmíněný herbicidní prostředek v zásobníku nebo obalu opatřené instrukcemi popisujícími způsob, jakým se má shora zmíněný derivát nebo deriváty obecného vzorce IV, popřípadě herbicidní prostředek tyto látky obsahující, použít k potlačení růstu plevelů. Shora zmíněnými obaly mohou být obaly běžně používané ke skladování chemických látek pevných při okolní teplotě a herbicidních prostředků, zejména ve formě koncentrátů, například plechovky a kovové sudy, které mohou být popřípadě opatřeny vnitřním náterem, a nádoby z plastických hmot, skleněné láhve a láhve z plastických hmot a dále v případě, že obsah je pevný, jako je tomu například v případě granulovaných herbicidních prostředků, krabice, například lepenkové krabice, krabice z plastických hmot a kovové krabice nebo pytle. Tyto obaly mají být normálně dostatečně velké k tomu, aby se do nich vešlo množství derivátu N-fenylpyrazolu nebo herbicidního prostředku, postačující k ošetření alespoň zhruba 40 arů pozemků pokud jde o potlačení růstu plevelů, jejich velikost však nemá přesáhnout rozměry vhodné pro běžnou manipulaci.

Instrukce, kterými jsou tyto obaly opatřeny, mohou být na obalech přímo natištěny nebo mohou být obaly opatřeny nálepkou či visačkou s těmito instrukcemi. Zmíněné návody obvykle uvádějí, že obsah obalu, v případě potřeby po zředění, se aplikuje k potlačení růstu plevelů v aplikačních dávkách mezi 0,01 kg a 10 kg účinné látky na hektar, a to způsobem a k účelům popsaným výše.

Herbicidní prostředky podle vynálezu ilustrují následující příklady.

Příklad 1

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluor-methylfenyl)pyrazol se upraví na koncentrát rozpustný ve vodě, o následujícím složení:

10 % (hmotnost/objem)

10 % (hmotnost/objem)
do 100 % objemových

5 litrů shora uvedeného prostředku je možno rozpustit ve 200 litrech vody a postřík postemergentně aplikovat na jeden hektar vzešlé kultury jarní pšenice k vyhubení *Amaranthus retroflexus*, *Setaria viridis*, *Polygonum lapathifolium*, *Abutilon theophrasti* a *Solanum nigrum*.

Ve shora uvedeném koncentrátu rozpustném ve vodě je možno 5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol popřípadě nahradit libovolnou jinou sloučeninou obecného vzorce IV.

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol
Ethylan BCP (kondenzační produkt nonylfenolu a ethylenoxidu obsahující 9 mol ethylenoxidu na každý mol fenolu)
Aerosil (kysličník křemičitý s velejemnými částicemi)
Celite PF (nosič na bázi syntetického křemíťanu hořečnatého)

Shora uvedený prostředek se připraví tak, že se Ethylan BCP adsorbuje na Aerosil, smísí se s dalšími složkami a směs se rozemílá v kladivovém mlýnu za vzniku smáčitelného prášku, který je možno zředit vodou a aplikovat v dávce 1,0 kg smáčitelného prášku ve 300 litrech postřikové kapaliny na hektar postemergentně na vzešlou kulturu ozimé pšenice k potlačení růstu *Galium aparine*, *Veronica persica*, *Viola arvensis*, *Galeopsis tetrahit* a *Stellaria media*.

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol
Ethylan BCP
Sopropon T 36 (sodná sůl polykarboxylové kyseliny)
ethylenglykol
Rhodigel 23 (zahušňovač na bázi pryskyřičnatého polysacharidu-xanthátu)
destilovaná voda

Shora uvedený prostředek se připraví 24-hodinovým důkladným mísením a rozemláním jednotlivých složek v kulovém mlýnu. Takto získaný koncentrát je možno dispergovat ve vodě a postemergentně aplikovat na vzešlou kulturu ozimého ječmene (v aplikační dávce 1,0 kg vodného suspenzního koncentrátu ve 300 litrech postřikové kapaliny na hektar) k hubení *Galium aparine*, *Veronica persica*, *Viola arvensis*, *Stellaria media* a *Galeopsis tetrahit*.

5-amino-4-kyan-1-(2-chlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol
Ethylan TU (kondenzační produkt nonylfenolu a ethylenoxidu obsahující 10 mol ethylenoxidu na každý mol fenolu)
Bentone 38 (organický derivát speciálního magnesium-montmorillonitického zahušňovač)
Aromasol H (aromatické rozpouštědlo tvořené převážně isomerními trimethylbenzeny)

Shora uvedený prostředek se připraví tak, že se jednotlivé složky 24 hodin důkladně mísí a rozemílají v kulovém mlýnu. Takto získaný emulgovatelný suspenzní koncentrát je možno zředit vodou a v dávce 2,0 kg emulgovatelného suspenzního koncentrátu ve 100 litrech postřikové kapaliny na hektar

Příklad 2

Z níže uvedených složek se připraví smáčitelný prášek:

50 % (hmotnost/hmotnost)

5 % (hmotnost/hmotnost)

5 % (hmotnost/hmotnost)

40 % (hmotnost/hmotnost)

Obdobné smáčitelné prášky je možno připravit analogickým postupem jako výše s tím, že se 5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol nahradí jinými sloučeninami obecného vzorce IV.

Příklad 3

Z níže uvedených složek se připraví vodný suspenzní koncentrát:

50 % (hmotnost/objem)

1,09 (hmotnost/objem)

0,2 % (hmotnost/objem)

5 % (hmotnost/objem)

0,15 % (hmotnost/objem)

do 100 % objemových

Shora popsáním způsobem je možno připravit obdobné vodné suspenzní koncentráty, v nichž je 5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol nahrazen jinými sloučeninami obecného vzorce IV.

Příklad 4

Z následujících složek se připraví emulgovatelný suspenzní koncentrát:

50 % (hmotnost/objem)

10 % (hmotnost/objem)

0,5 % (hmotnost/objem)

do 100 % objemových

postemergentně aplikovat na vzešlou kulturu jarní pšenice k potlačení růstu *Setaria viridis*, *Polygonum sonchifolium* a *Chenopodium album*.

Obdobné emulgovatelné suspenzní koncentráty je možno připravit shora popsáním

způsobem s tím, že se 5-amino-4-kyan-1-(2-chlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol nahradí některou jinou sloučeninou obecného vzorce IV.

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluor-methylfenyl)pyrazol
Ethylan BCP
kyselina olejová
Aromasol H
granulovaný attapulgit (30/60)
(sorpční křemičitá hlínka)

Shora uvedený prostředek se připraví tak, že se fenylpyrazol smísí s preparátem Ethylan BCP, kyselinou olejovou a preparátem Aromasol H a směs se nastříká na granulovaný attapulgit. Takto získaný granulát je možno aplikovat v aplikační dávce 20 kg granulátu na hektar k potlačení růstu *Echinochloa crus-galli*, *Eleocharis acicularis* a *Monochoria vaginalis*. Aplikace se provádí buď preemergentně, nebo na klíčící rostliny plevelů v kultuře přesázené rýže pěstované v závlahových podmínkách.

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluor-methylfenyl)pyrazol
Ethylan KEO
dimethylformamid

Ethylan KEO se rozpustí v části dimethylformamidu a po přidání derivátu pyrazolu se směs za míchání zahřívá až k rozpuštění všech pevných složek. Přidáním zbývajících částí dimethylformamidu se pak objem získaného roztoku upraví na 100 % objemových. Takto vzniklý ve vodě rozpustný koncentrát je možno zředit vodou a aplikovat v dávce 10 litrů ve vodě rozpustného koncentrátu ve 200 až 2000 litrech postřikové

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluor-methylfenyl)pyrazol
Arylan S (natrium-dodecylbenzensulfonát)
Darvan č. 2 (natrium-lignosulfát)
Celite PF

Shora uvedený prostředek se připraví smísením jednotlivých složek a rozemletím směsi v kladivovém mlýnu. Získaný smáčitelný prášek je možno zředit vodou a postemergentně aplikovat v aplikační dávce 1,0 kilogramů smáčitelného prášku ve 300 litrech postřikové kapaliny na hektar k potlačení růstu *Galium aparine*, *Veronica persica*, *Viola arvensis* a *Galeopsis tetrahit* ve vzešlé kultuře ozimé pšenice.

Obdobné smáčitelné prášky je možno připravit shora popsaným způsobem s tím, že se 5-amino-4-kyan-1-(2,3,4-trichlorfenyl)pyrazol nahradí některou jinou sloučeninou obecného vzorce IV.

Příklad 8

Smáčitelný prášek obsahující 50 % (hmotnost/hmotnost) 5-amino-4-kyan-1-(2,6-di-

Příklad 5

Z níže uvedených složek se připraví granulát:

5 % (hmotnost/hmotnost)
1 % (hmotnost/hmotnost)
1 % (hmotnost/hmotnost)
12 % (hmotnost/hmotnost)
81 % (hmotnost/hmotnost)

Obdobný granulát je možno připravit shora popsaným způsobem s tím, že se 5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol nahradí některou jinou sloučeninou obecného vzorce IV.

Příklad 6

Z níže uvedených složek se připraví ve vodě rozpustný koncentrát:

10 % (hmotnost/objem)
10 % (hmotnost/objem)
do 100 % objemových

kapaliny na hektar k hubení *Galium aparine*, *Veronica persica*, *Viola arvensis* a *Galeopsis tetrahit*. Aplikace se provádí postemergentně na vzešlou kulturu ozimé pšenice ve stadiu odnožování.

Příklad 7

Z následujících složek se připraví smáčitelný prášek:

90 % (hmotnost/hmotnost)
2 % (hmotnost/hmotnost)
5 % (hmotnost/hmotnost)
3 % (hmotnost/hmotnost)

chlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu, připravený postupem popsaným výše v příkladu 2, je možno zředit vodou a aplikovat v aplikační dávce 0,1 kg smáčitelného prášku ve 300 litrech postřikové kapaliny na hektar k potlačení růstu *Abutilon theophrasti* a *Polygonum convolvulus*.

Aplikace se provádí postemergentně v kultuře jarní pšenice, a to v době, kdy klíčící rostliny shora uvedených plevelů jsou ještě velmi mladé.

Příklad 9

Smáčitelný prášek obsahující 50 % (hmotnost/hmotnost) 5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu, připravený postupem popsaným v příkladu 2, je možno zředit vodou a aplikovat v aplikační dávce 20 kg smáčitelného prášku v 600

litrech postřikové kapaliny na hektar k dosažení totálního herbicidního účinku na vegetaci rostoucí na místě, kde se nepěstují užitkové rostliny.

5-amino-4-kyan-1-(2,3,5,6-tetrafluor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol

Soprophor BSU (kondenzační produkt tristyrylphenolu a ethylenoxidu, obsahující 18 mol ethylenoxidu)

Arylan CA (70% roztok dodecylbenzen-sulfonátu vápenatého)

isoforon

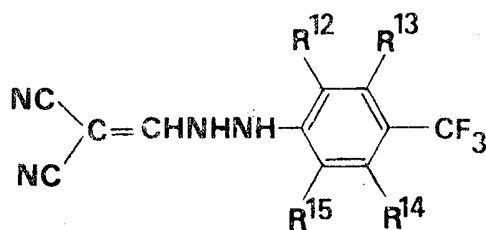
Aromasol H

Shora uvedený prostředek se připraví tak, že se Soprophor BSU a Arylan CA rozpustí v části isoforonu, za zahřevu se přidá derivát fenylypyrazolu a směs se míchá až do rozpuštění všech pevných složek, načež se přidá zbývající isoforon a objem výsledného roztoku se přidáním preparátu Aromasol H upraví na 100 % objemových. Takto získaný emulgovatelný koncentrát je možno zředit vodou a aplikovat v aplikační dávce 2,5 litru emulgovatelného koncentráту v 500 litrech postřikové kapaliny na hektar k potlačení růstu *Galium aparine*, *Stellaria media*, *Veronica persica*, *Veronica hederifolia* a *Viola arvensis*. Aplikace se provádí postemergentně ve vzešlé kultuře ozimé pšenice.

Příklad 11

1,25 litru vodného suspenzního koncentrátu obsahujícího 50 % (hmotnost/objem) 5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu, připraveného postupem popsáním v příkladu 3, a 15 litrů komerčního 50% (hmotnost/objem) vodného suspenzního koncentrátu obsahujícího isoproturon se v postřikovém tanku smísí s vodou a aplikuje se v aplikační dávce 0,125 kg derivátu N-fenylypyrazolu a 1,5 kg isoproturonu ve 200 litrech postřikové kapaliny na hektar na vzešlou kulturu ozimé pšenice k potlačení růstu *Alopecurus myosuroides*, *Stellaria media*, *Matricaria inodora*, *Galium aparine*, *Veronica persica* a *Viola arvensis*. Aplikace se tedy provádí postemergentně.

Deriváty N-fenylypyrazolu obecného vzorce IV, ve kterém R^{12} , R^{13} , R^{14} a R^{15} mají shora uvedený význam, je možno připravit tak, že se cyklizuje sloučenina obecného vzorce V



(V)

Příklad 10

Z níže uvedených složek se připraví emulgovatelný koncentrát:

20 % (hmotnost/objem)

3,75 % (hmotnost/objem)

3,75 % (hmotnost/objem)

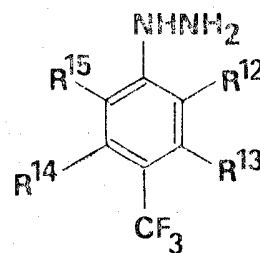
60 % (hmotnost/objem)

do 100 % objemových

ve kterém jednotlivé obecné symboly mají shora uvedený význam.

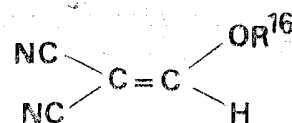
Cyklizaci je možno uskutečnit v přítomnosti inertního organického rozpouštědla, jako alkanolu s 1 až 4 atomy uhlíku (například ethanolu), kyseliny octové nebo ethoxyethanolu, při teplotě pohybující se od teploty místnosti do teploty varu reakční směsi pod zpětným chladičem.

Sloučeniny shora uvedeného obecného vzorce V je možno připravit reakcí sloučeniny obecného vzorce VI



(VI)

ve kterém jednotlivé obecné symboly mají shora uvedený význam, nebo její adiční soli s kyselinou (například hydrochloridu), se sloučeninou obecného vzorce VII



(VII)

ve kterém

R^{16} znamená přímou nebo rozvětvenou alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, s výhodou skupinu ethylovou.

Reakci sloučeniny obecného vzorce VI se sloučeninou obecného vzorce VII je možno uskutečnit v přítomnosti inertního organického rozpouštědla, jako alkanolu obsahujícího 1 až 4 atomy uhlíku (například ethanolu), kyseliny octové nebo ethoxyethanolu, při teplotě pohybující se od teploty místnosti do teploty varu reakční směsi pod zpětným chladičem, a popřípadě v přítomnosti

octanu, uhličitanu nebo hydrogenuhličitanu alkalického kovu (například sodíku nebo draslíku). Používá-li se adiční sůl sloučeniny obecného vzorce VI s kyselinou, provádí se její reakce se sloučeninou obecného vzorce VII v přítomnosti octanu, uhličitanu nebo hydrogenuhličitanu alkalického kovu (například sodíku nebo draslíku).

Alternativně je možno deriváty N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV, ve kterém R^{12} , R^{13} , R^{14} a R^{15} mají shora uvedený význam, připravit reakcí sloučeniny obecného vzorce VI se sloučeninou obecného vzorce VII, jak je popsáno výše, bez izolace intermediární sloučeniny obecného vzorce V z reakční směsi. Provádí-li se reakce sloučeniny obecného vzorce VI se sloučeninou obecného vzorce VII v kyselině octové, popřípadě v přítomnosti octanu alkalického kovu (například sodíku nebo draslíku), může se v závislosti na rozpustnosti intermediární sloučeniny obecného vzorce V v reakčním prostředí tento meziprodukt z reakční směsi vysrážet a lze jej popřípadě izolovat před jeho cyklizací na sloučeninu obecného vzorce IV, která se provádí shora popsaným způsobem, s výhodou zahřevem v inertním organickém rozpouštědle, například v ethoxyethanolu) k varu reakční směsi pod zpětným chladičem.

Izolované sloučeniny obecného vzorce V vykazují obdobnou herbicidní účinnost jako odpovídající deriváty N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV, na které je lze cyklizovat, a předpokládá se, že k projevům této herbicidní účinnosti sloučenin obecného vzorce V dochází v důsledku jejich cyklizace na sloučeniny obecného vzorce IV.

Sloučeniny obecných vzorců VI a VII je možno připravit o sobě známými metodami. Výrazem „o sobě známé metody“, používaným v tomto textu, se míní metody dosud používané nebo popsané v chemické literatuře.

Přípravu sloučenin obecného vzorce IV ilustrují následující příklady a referenční příklady.

Příklad 12

K roztoku 0,6 g octanu sodného v 15 ml ledové kyseliny octové se za míchání magnetickým míchadlem při teplotě místnosti přidá 1,84 g ethoxymethylenmalononitrilu [viz Huber, J. Amer. Chem. Soc., **65**, 2224 (1943)] a 3,7 g 2,6-dichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinu. Po 15minutovém míchání se z čirého hnědého roztoku vysráží bezbarvá pevná sraženina, v míchání se pokračuje ještě dalších 15 minut, načež se směs zfiltruje. Vzniklý pevný materiál se postupně promyje kyselinou octovou, vodou, vodným roztokem hydrogenuhličitanu sodného a vodou, čímž se získá 3,4 g 2,6-dichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinomethylenmalononitrilu ve formě bezbarvých krystalů o teplotě tání 153 až 154 °C.

Takto získaný 2,6-dichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinomethylenmalononitril se v 15 mililitrech ethoxyethanolu 45 minut zahřívá k varu pod zpětným chladičem. Horný roztok se zfiltruje, filtrát se ochladí, zředí se 5 ml vody a zfiltruje se. Získá se 2,5 g 5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu ve formě špinavě bílých krystalů o teplotě tání 165 až 167 °C.

Analogickým postupem se náhradou 2,6-dichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinu níže uvedenými příslušně substituovanými fenylhydraziny získají následující sloučeniny:

z 2-chlor-4-trifluormethylfenylhydrazinu přes 2-chlor-4-trifluormethylfenylhydrazinomethylenmalononitril (hnědý prášek o teplotě tání 138 až 143 °C) 5-amino-1-(2-chlor-4-trifluormethylfenyl)-4-kyanpyrazol, který po krystalizaci z toluenu rezultuje ve formě světle hnědých krystalů o teplotě tání 185 až 187 °C;

z 2,3,5,6-tetrafluor-4-trifluormethylfenylhydrazinu (připraven postupem, který popsali Alsop a spol. v J. Chem. Soc. 1962, 1801) přes 2,3,5,6-tetrafluorfenyl-4-trifluormethylfenylhydrazinomethylenmalononitril (světle žlutý pevný produkt o teplotě tání 90 až 93 °C) 5-amino-4-kyan-1-(2,3,5,6-tetrafluor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol rezultující po krystalizaci z toluenu ve formě špinavě bílých krystalů o teplotě tání 122 až 122,5 °C.

Příklad 13

K roztoku 4,40 g ethoxymethylenmalononitrilu a 1,47 g bezvodého octanu sodného ve 34 ml ledové kyseliny octové se za míchání při teplotě místnosti v jediné dávce přidá 10,1 g 2,3,6-trichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinu. Po 5minutovém míchání při teplotě místnosti se vyloučí jemná sraženina, reakční směs se ještě 2 hodiny míchá při teplotě místnosti, pak se nechá přes noc stát při teplotě místnosti a zfiltruje se. Pevná sraženina se postupně promyje malým množstvím ledové kyseliny octové, nasyceným vodným roztokem hydrogenuhličitanu sodného a vodou, čímž se získá 9,6 g 2,3,6-trichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinomethylenmalononitrilu ve formě světle hnědě zbarveného prášku o teplotě tání 169 až 170 stupňů Celsia.

Takto získaný 2,3,6-trichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinomethylenmalononitril se v 50 ml ethoxyethanolu 1 hodinu zahřívá k varu pod zpětným chladičem, horký roztok se zfiltruje, filtrát se ochladí, zředí se 70 mililitry vody a pevná sraženina se odfiltruje. Získá se 6,36 g 5-amino-4-kyan-1-(2,3,6-trichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazolu, který po krystalizaci z 25 ml toluenu rezultuje ve formě tmavozluté krystalické látky o teplotě tání 186 až 187 °C.

Referenční příklad 1

Fenylhydraziny, používané jako výchozí látky v příkladech 12 a 13, se připraví následujícím způsobem.

4,3 g 2,6-dichlor-4-trifluormethylfenylanilinu (popsán v americkém patentním spisu č. 3 850 955) se za míchání rozpustí ve 23 mililitrech ledové kyseliny octové a k roztoku se při teplotě 55 až 60 °C přidá roztok 1,5 g dusitanu sodného v 11 ml koncentrované kyseliny sírové. Výsledný roztok se ochladí na 0 až 5 °C a za intenzivního míchání se k němu přidá roztok 16,4 g chloridu cínatého ve 14 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové, přičemž se vysráží krémově zbarvený pevný materiál. Směs se zfiltruje a pevný produkt se vnese do směsi vodného roztoku hydroxidu amonného a ledu. Výsledná směs se extrahuje šestkrát vždy 500 ml diethyletheru, spojené etherické extrakty se vysuší síranem sodným, zfiltrují se a filtrát se odpaří k suchu. Získá se 3,7 gramu 2,6-dichlor-4-trifluormethylfenylhydrazinu ve formě bezbarvých krystalů o teplotě tání 54 až 56 °C.

Analogickým postupem se náhradou 2,6-dichlor-4-trifluormethylanilinu 2-chlor-4-trifluormethylanilinem (popsaným v americkém patentním spisu č. 3 850 955) připraví 2-chlor-4-trifluormethylfenylhydrazin ve formě bezbarvé pevné látky o teplotě tání 38 až 39 °C.

Analogickým způsobem se náhradou 2,6-

-dichlor-4-trifluormethylanilinu 2,3,6-trichlor-4-trifluormethylanilinem připraví 2,3,6-trichlor-4-trifluormethylfenylhydrazin ve formě bílé pevné látky o teplotě tání 72 až 74 °C.

Referenční příklad 2

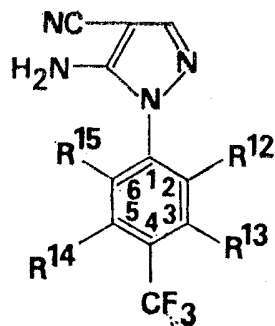
2,3,6-trichlor-4-trifluormethylanilin, používaný jako výchozí materiál v referenčním příkladu 1, se připraví následujícím způsobem.

Směs 20 g 3-chlor-4-trifluormethylanilinu (popsán v britském patentním spisu č. 459 890) a 12 ml kyseliny chlorovodíkové (hustota 1,18) se suspenduje v 600 ml vody a do suspenze se za míchání a zahřevu k varu pod zpětným chladičem uvádí plyný chlor (z 13 ml kapalného chloru). Po skončení uvádění plynného chloru se v míchání pokračuje ještě 15 minut. Po ochlazení se reakční roztok extrahuje třikrát vždy 250 ml dichlormethanu, spojené organické extrakty se promyjí vodou, nasyceným vodným roztokem hydrogenuhličitanu sodného a znovu vodou, vysuší se bezvodým síranem sodným a odpaří se. Červeně zbarvený olejovitý zbytek poskytne destilací oranžový olej o teplotě varu 143 až 147 °C/2,67 kPa, který stáním zkrystaluje.

Získá se 12,26 g 2,3,6-trichlor-4-trifluormethylanilinu ve formě oranžově zbarvené pevné látky o teplotě tání 37 až 39 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje alespoň jeden derivát N-fenylpyrazolu obecného vzorce IV



(IV)

ve kterém

R¹² znamená atom chloru,

R¹³ představuje atom vodíku, fluoru nebo chloru,

R¹⁴ znamená atom vodíku nebo fluoru a

R¹⁵ představuje atom vodíku, fluoru nebo chloru s tím, že znamená-li R¹⁴ atom fluoru, pak R¹⁵ představuje atom fluoru nebo chloru, nebo

R¹², R¹³ a R¹⁵ znamenají vždy atom fluoru a

R¹⁴ představuje atom vodíku nebo fluoru.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obecného vzorce IV obsahuje

5-amino-1-(2-chlor-4-trifluormethylfenyl)-4-kyanpyrazol,

5-amino-4-kyan-1-(2,6-dichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol,

5-amino-4-kyan-1-(2,3,6-trichlor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol nebo

5-amino-4-kyan-1-(2,3,5,6-tetrafluor-4-trifluormethylfenyl)pyrazol.