



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

195700

(11)

(B2)

(22) Přihlášeno 04 07 75
(21) [PV 1304-78]

(40) Zveřejněno 31 05 79

(45) Vydáno 15 03 83

(51) Int. Cl.³
A 01 N 37/24

(72)
Autor vynálezu

O'DOHERTY GEORGE OLIVER PLUNKETT, GREENFIELD
(Sp. st. a.)

(73)
Majitel patentu

ELI LILLY AND COMPANY, INDIANAPOLIS (Sp. st. a.)

(54) Herbicidní prostředek

Vynález se týká nových herbicidních prostředků obsahujících na kruhu substituované N-(2,2-difluoralkanoyl)-o-fenylendiaminy.

Kontrola živočišných parazitů je jedním z nejstarších a nejdůležitějších problémů živočišné výroby. Mnoho typů parazitů ovlivňuje veškeré druhy živočichů. Převážná část živočichů je ovlivněna volně létajícími parazity, jako jsou mouchy, lezoucími ekto-parazity, jako jsou vši a mšice, zavrtávajícími se parazity, jako jsou larvy a červi much, a mikroskopickými endoparazity, jako jsou kokcidia, jakož i většími endoparazity, jako jsou červi. Tak kontrola parazitů i u jednoho jediného hostitele je komplexním problémem s mnoha vedlejšími problémy.

Paraziti ze skupiny hmyzu a roztočů, kteří požívají živé tkáně hostitelských živočichů, jsou škodlivé. Tato skupina zahrnuje parazity všech ekonomických živočichů včetně přežvýkavců a savců s jedním žaludkem a drůbeže a společenských živočichů, jako jsou psi.

V poslední době bylo zkoušeno mnoho metod pro kontrolu těchto parazitů. Červi mouchy *Cochliomyia hominivorax* byli prakticky na Floridě vyhlazeni vypuštěním velkého počtu sterilních samců těchto much.

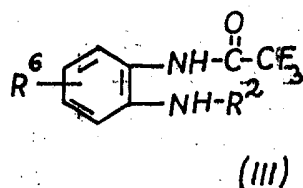
Metoda je samozřejmě aplikovatelná pouze ve snadno izolovatelné oblasti. Volně létající hmyz se obvykle kontroluje běžnými metodami, jako jsou volně ve vzduchu dispergované a kontaktní insekticidy a lapáky na mouchy. Kůži obývající lezoucí paraziti se obvykle kontrolují ponořením, namáčením nebo postříkáním živočichů příslušnými parazitocidními činidly.

Určitý pokrok byl proveden v systematické kontrole některých parazitů, zejména těch, kteří žijí v hostitelském živočichu nebo v něm migrují. Systemická kontrola živočišných parazitů byla provedena absorpcí parazitocidní látky v krevním oběhu nebo jiné tkáni hostitelského živočicha. Paraziti žeroucí nebo kteří přijdou do styku s tkání obsahující parazitocidní látku jsou zahubeni tak, že buď pozřeli parazitocidní látku nebo s ní přišli do styku. O některých fosfátových, fosforamidátových a fosforthioátových insekticidech a akaricidech bylo nalezeno, že jsou dostatečně netoxické a mohou se použít systemicky u živočichů.

Rumanowski, U. S. patent 3 557 211, uvádí N,N-bis(acetyl)-o-fenylendiaminy, které jsou použitelné pro kontrolu rostlin, hmyzu a plísni.

Předmětem vynálezu je herbicidní prostředek, který jako účinnou látku obsahuje

na kruhu substituované N-(2,2-difluoralkano-yl)-o-fenylendiaminny vzorce III,



kde

R^2 je trifluoracetyl nebo furoyl,

R^6 je methylsulfonyl a je umístěn v poloze 4 nebo 5.

Veškeré sloučeniny vzorce III se mohou upravit tak, že jsou použitelné jako herbicidy. Tyto sloučeniny se mohou použít tak, že se dosáhne širokého herbicidního účinku; tudíž v nejširším slova smyslu se vynález týká způsobu aplikace, který se vyznačuje tím, že se na rostlinné části, jako je stvol, listy, květy, plody, kořeny nebo semena nebo obdobné reprodukční jednotky rostlin, aplikuje růst inhibující množství jednoho z na kruhu substituovaných N-(2,2-difluoralkano-yl)-o-fenylendiaminů vzorce III. Avšak tyto sloučeniny se mohou také použít tak, že se využije selektivní herbicidní účinnost. Jak je odborníkům známo, směs více než jedné sloučeniny se může také použít pro dosažení herbicidního účinku. Jestliže se použije směs, může se snížit množství každé individuální sloučeniny tak, že směs vykazuje pouze požadovaný herbicidní účinek.

Pro herbicidní využitelnost sloučenin není rozhodující, zda je úplně hubena nežádoucí vegetace; je dostatečné, jestliže je nežádoucí vegetace pouze inhibována. Zejména co se týká selektivního účinku, inhibice nedosahující úplného zahubení je dostačující, zejména jestliže se kombinuje s přírodními podmínkami, jako je omezená vlhkost, která má nepříznivější vliv na vegetaci selektivně inhibovanou než na užitkové rostliny.

Sloučeniny vzorce III jsou vhodné k různým obměnám herbicidních aplikací.

Tak například při množstvích, která vyvolávají selektivní účinek sloučenin množství jsou přesněji definována níže —, se sloučeniny mohou použít jako selektivní herbicidy u užitkových rostlin, jako je například bavlna, kukurice, čirok a sója. Při tomto použití se aplikace může provádět před vzejtím jak užitkových rostlin, tak plevelů, nebo s výhodou přímým postřikem po vzejtí užitkových rostlin, ale jak před vzejtím, tak po vzejtí plevelů.

Při jiné aplikaci se sloučeniny vzorce III mohou použít tak, aby poskytly široký herbicidní účinek na neosetě půdě včetně neosetých pruhů obrysů ze zemědělské půdy. Pro takové použití na tak zvané ladem ležící půdě se aplikace provádí na jaře tak, aby se potlačil vegetační růst až do podzimu nebo

následujícího jarního setí, nebo na podzim, aby se potlačil vegetační růst až do jara nebo do následujícího podzimního setí. Dále při jiné aplikaci se sloučeniny mohou použít pro kontrolu plevelů při sázení užitkových stromů, jako při sázení různých citrusových stromů. Ve všech těchto různých aplikacích a v dalších, pro které jsou sloučeniny vhodné, je další výhodou to, že sloučeniny nemusí být přidávány do půdy nebo jinak mechanicky míchány s půdou. Kromě předcházejících použití pro ošetření půdy se sloučeniny podle vynálezu mohou také použít jako vodní herbicidy.

Použití sloučenin vzorce III jako herbicidních látek se může například provádět s nemodifikovanými sloučeninami, avšak pro dobré výsledky je obecně nutné, aby se sloučeniny používaly v modifikované formě, to jest jako jedna složka prostředků upraveného pro dosažení inhibičního účinku na růst rostliny. Tak například aktivní činidlo se může mísit s vodou nebo jinou kapalinou nebo kapalinami, s výhodou za pomoci použití povrchově aktivních činidel. Aktivní činidlo se může také spojit s jemně rozptýlenou pevnou látkou, která může být povrchově aktivní látkou, a získá se smáčitelný prášek, který se může dispergovat ve vodě nebo jiné kapalině, nebo účinná látka může tvořit součást popraše, který se aplikuje přímo. Pro použití těchto sloučenin se mohou použít i jiné způsoby přípravy preparátů, známé z literatury.

Přesné množství aktivní látky používané v preparátu není rozhodující a mění se v závislosti na typu požadovaného účinku inhibujícího růst, na typu rostlin, o které jde, na druhu účinné látky a na povětrnostních podmínkách. Obecně se široký účinek inhibující růst získá s množstvím pohyblivými se od 0,6 do 22,20 kg účinné látky na hektar a tato množství jsou vhodná pro účinnou kontrolu vegetativního růstu na ladem ležící půdě. Jestliže je zapotřebí selektivního inhibičního účinku na plevel v oblasti se zasetými užitkovými rostlinami, jako je kukurice, sója a bavlník, poskytuje množství od 0,6 do 11,1 kg na hektar obecně dobré výsledky. Tam, kde se pro aplikaci použije účinná látka ve formě směsi obsahující aktivní činidlo, pak přesná koncentrace účinné látky ve směsi obsahující tuto látku není rozhodující, s tou výjimkou, že koncentrace a celkové použité množství musí odpovídat příslušnému množství účinné látky na hektar. Obecně se dobré výsledky získají, jestliže se použijí prostředky obsahující účinnou látku v koncentraci od 0,5 do 10 % nebo výše v případě kapalných preparátů a v koncentraci od 1,0 do 5,0 % nebo výše v případě popraše, prášků, granulí a ostatních suchých preparátů. Koncentrovanější preparáty se mohou také připravit a často jsou výhodné, protože mohou sloužit v závislosti na jejich uvažované apli-

lkaci a na příslušné koncentraci jako koncentrované preparáty pro účely zasilání a skladování, tak jako základní směsi pro ošetření. Tak například preparáty často s výhodou obsahují povrchově aktivní činidlo a účinnou látku podle vynálezu, přičemž posledně jmenovaná je přítomna v množství od 0,5 do 99,5 % hmot., nebo inertní jemně rozptýlenou pevnou látku a účinnou látku podle vynálezu, přičemž posledně jmenovaná je přítomna v množství od 1,0 do 99 % hmot. Tyto preparáty, jak bylo uvedeno, se mohou použít přímo v určitých aplikacích, ale mohou se také ředit a pak použít při mnoha jiných aplikacích.

Kapalně směsi obsahující požadované množství účinné látky se připraví rozpuštěním sloučeniny v organické kapalině nebo dispergováním látky ve vodě s pomocí nebo bez pomoci vhodného povrchově aktivního dispersního činidla. Tyto směsi mohou také obsahovat modifikující sloučeniny, které slouží pro „rozprostření“ a „nalepení“ na listy rostlin. Vhodnými organickými kapalnými nosiči jsou zemědělské postřikové oleje a destiláty petroleje, jako je dieselový olej, kerosen, topná nafta a Standard rozpouštědlo. Z těchto kapalin jsou obecně výhodné destiláty petroleje. Vodné směsi mohou obsahovat jedno nebo více rozpouštědel nemísitelných s vodou pro toxickou sloučeninu. V těchto směsích nosič obsahuje vodnou emulzi, například směs vody, emulgačního činidla a rozpouštědla nemísitelného s vodou. Výběr dispersního a emulgačního činidla a jeho použitelné množství je dáno typem směsi a schopností činidla vytvořit dispersi účinné sloučeniny v nosiči za vzniku požadované směsi. Dispergační činidla a emulgační činidla, která se mohou použít ve směsích, zahrnují kondenzační produkty alkylenoxidů s fenoly a organickými kyselinami, alkyl-arylsulfonáty, polyoxyalkylen deriváty, estery sorbitanů a komplexní etheralkoholy. Příklady povrchově aktivních činidel, která se vhodně používají při aplikaci vynálezu, jsou uvedeny v U. S. patentech 3 095 299, v druhém sloupci, řádky 25–36, a č. 2 655 447, sloupci 5, a č. 412 510, sloupci 4 a 5.

Při přípravě poprašků se účinné sloučeniny vzorce III dokonale smísí s jemně rozptýlenými pevnými látkami, jako je jí, talc, křída, sádra, vápenec, vermikulit nebo perlit, nebo se na ně nanesou.

Podle jedné metody přípravy této disperze se jemně rozptýlený nosič mechanicky míchá nebo mele s aktivní sloučeninou.

Obdobně se popraše obsahující toxické sloučeniny mohou připravit s různými pevnými, povrchově aktivními činidly, jako je bentonit, valchařská hlína, atapulgit a ostatní hlíny. V závislosti na poměrech složek se popraše mohou použít jako koncentráty a pak ředit dalšími pevnými povrchově aktivními disperzními činidly nebo křídou, talkem, sádrou, a získá se požadované

množství aktivní sloučeniny ve směsi upravené pro použití pro potlačení růstu rostlin. Také tyto popraše se mohou dispergovat ve vodě s použitím nebo bez použití disperzních činidel za tvorby směsí pro postřik.

Preparáty obsahující účinné látky vzorce III se často s výhodou modifikují tak, že se k nim přimísí účinné množství povrchově aktivních činidel, která umožňují dispergování a rozprostření preparátu na povrchu listu rostliny a jeho inkorporaci do rostliny.

Aktivní činidlo se může dispergovat v půdě nebo v jiném růstovém prostředí libovolným způsobem. Aplikace se mohou provádět jednoduše smísením s médiem aplikací na povrch půdy a pak zaoráním nebo zavláčením do půdy do požadované hloubky nebo použitím kapalných nosičů pro dosažení penetrace a impregnace. Aplikace postřiků a poprašků na povrchu půdy nebo části rostlin nebo na povrchy rostlin nad půdou se může provádět jakoukoli běžnou metodou, například poprašovači, postřikovači a ručními postřikovači a sprejovými poprašovači jak povrchově hnanými, tak hnanými vzduchem. I když tyto běžné metody aplikace se mohou použít, nejsou zapotřebí. Výhoda sloučenin vzorce III spočívá v tom, že jsou aktivní a účinné jako herbicidy, jakmile se pouze umístí na povrch půdy, aniž se použije další stupeň, který by usnadňoval inkorporaci. Tak sloučeniny jsou v podstatě stejně účinné ať se aplikují pouze na povrch, nebo ať se aplikují na povrch a pak zavláčejí do půdy.

Rozprostření účinné látky v půdě se může také dosíci přidáním prostředku do vody používané pro zavlazování půdy. V těchto postupech množství vody je různé podle poréznosti půdy a kapacity půdy pro zadržování vody tak, že se dosáhne požadovaného stupně distribuce činidla.

Sloučeniny vzorce III vykazují nízkou toxicitu pro savce, relativně odpovídající benzimidazolům. Kromě toho sloučeniny vzorce III mohou být dispergovány jako aerosolová směs obsahující jeden nebo více účinných látek podle vynálezu. Tato směs se připravuje podle běžných metod, kde aktivní látka se disperguje v rozpouštědle a vzniklá disperze se mísí s hnací látkou v kapalném stavu. Tyto obměny, co se týká použití určitého činidla a typu vegetace, která se má ošetřit, určují požadavky na rozpouštědla a koncentraci účinné látky v něm. Příklady vhodných rozpouštědel jsou voda, aceton, isopropanol a 2-ethoxyethanol.

Vhodné výsledky se získají, jestliže se aktivní látky vzorce III nebo směs obsahující tyto aktivní látky smísí s jinými zemědělsky využívanými materiály, které se mají aplikovat na rostliny, rostlinné části a jejich okolí. Tyto materiály zahrnují hnojiva, fungicidy, insekticidy, jiné herbicidy a látky upravující půdu.

Různé sloučeniny vzorce III, které se mají použít jako aktivní herbicidní činidla, se

vyhodnocují po aplikaci před vzejtím u různých druhů rostlin. Při tomto vyhodnocování se připraví půda obsahující jeden díl písku a jeden díl rozdrčené vrchní vrstvy půdy, dokonale se smísí v cementovém míxeru. 4,5 litru této půdy se umístí do 25 × 35 cm pozinkované plechové mísy a sklepe se pod okraj. Ve třech řadách se provedou 2,5 cm hluboké rýhy asi ve dvou pětinách mísky. Do těchto rýh se zasadí po čtyřech zrnech kukuřice, pěti semenech bavlníku a pěti semenech sóji. Ve zbývajících čtyřech rýhách se do zbylé půdy zaseje příbližný počet každého z následujících semen, každý druh do jedné řady, a to: bér 80 až 100 semen, mračňák plstnatý 40 až 50 semen, merlík 150 až 250 semen a rosička krvavá 100 až 150 semen.

Další dostatečné množství půdy se pak přidá tak, aby se dostatečně překryla plocha.

Tak semena plevelů se překryjí vrstvou asi 6 mm a semena užitkových rostlin vrstvou asi 3 cm.

Při stanovování účinku směsi jako herbicidního prostředku pro použití před vzejtím se plocha připraví výše uvedeným způsobem a v den zasetí nebo v následující den se umístí v komoře opatřené touto a odtažením vzduchu. Herbicidní směs, buď emulze pro postřik nebo smáčitelný prášek, se aplikuje na plochu modifikovaným De Vilbiss atomizérem, připojeným na zdroj vzduchu. Dvanáct a půl mililitrů směsi, která se má testovat, se pak aplikuje na každou plochu buď v den zasetí, nebo v následující

den. Intenzita poškození a pozorování typu poškození se provádí jedenáctý až dvanáctý den po ošetření. Poškození se hodnotí podle následující stupnice:

- 0 — žádné poškození,
- 1 — mírné poškození,
- 2 — střední poškození,
- 3 — značné poškození,
- 4 — uhynutí.

Tam, kde bylo provedeno více než jedno stanovení při uvedeném množství, byl vypočítáván pro hodnocení poškození průměr. Každá hodnocená sloučenina se upravuje pro postřik jedním z následujících postupů. V jednom testu se příslušná sloučenina smočí rozmícháním v třetí misce s jedním dílem monolaurátu polyoxyethylensorbitanu. Pět set dílů vody se pomalu přidá k vzniklé krémově zbarvené pastě a získá se vodná disperze se základní koncentrací 0,2 procent. Disperze je vhodná pro aplikaci postřikem. V druhém postupu se sloučenina rozpustí v jednom dílu acetonu a acetonový roztok se zředí devatenácti díly vody obsahujícími 0,1 % monolaurátu polyoxyethylensorbitanu.

V následující tabulce I jsou uvedeny výsledky hodnocení, sloupec 1 uvádí jméno testované sloučeniny, sloupec 2 množství v kilogramech na hektar, ve kterém se sloučenina aplikuje na testovanou plochu, a zbylé sloupce udávají stupeň poškození určitých semen rostlin nebo sazenic rostlin podle hodnocení uvedeného výše.

Tabulka I

Stupeň poškození při ošetření před vzejtím.

sloučenina	kg/ha	kukuřice	bavlna	sója	rosička krvavá	merlík	bér	mračňák
N ¹ , N ² -bis(trifluoracetyl)-5'-(methylsulfonyl)-o-fenylendiamin	8,8	1	1	2	3	4	3	3
N ¹ -trifluoracetyl-N ² -(2-furoyl)-5'-(methylsulfonyl)-o-fenylendiamin	8,8	1	1	1	2	2	1	2

Některé sloučeniny vzorce III byly hodnoceny po aplikaci po vzejití u rostlin zahrnujících kukuřici a některé druhy plevů. Vyhodnocování se provádí podle před-

cházejícího testu s tou výjimkou, že testovaný roztok se aplikuje 9 až 12 dnů po přípravě a zasetí do půdy. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce II.

Tabulka II

Stupeň poškození při ošetření po vzejtí.

sloučenina	kg/ha	kukuřice	rosička krvavá	merlík	bér	mračňák
N ¹ ,N ² -bis(trifluoracetyl)-5'-(methylsulfonyl)-o-fenylendiamin	8,8 4,4 2,2	2 1 1	4 4 4	4 4 4	3 4 4	4 3 2
N ¹ -trifluoracetyl-N ² -(2-furoyl)-5'-(methylsulfonyl)-o-fenylendiamin	8,8	1	2	3	3	3

N²-(2,2,3,3-tetrafluorpropionyl)-N¹-methoxykarbonyl-3'-nitro-5'-trifluormethyl-o-fenylendiamin se hodnotí pro použití jako herbicid po vzejití. Vyhodnocování se provádí postupem uvedeným výše, avšak s jednou vyšší dávkou aplikace (16 kg/ha) a u různých druhů, jako jsou rajčata, rosička krvavá, merlík. Určité sloučeniny poskytují úplné uhynutí každého jmenovaného druhu. Výše popsané herbicidní sloučeniny se mohou upravovat a použít se známými herbicidy kteréhokoli druhu. Poměr jednotlivých komponent těchto směsí k jiným není rozhodující, veškeré poměry poskytují směsi, které jsou použitelné pro změnu růstu. Avšak obecně jsou vhodné takové směsi, kde je přítomna podstatná část každé komponenty, jako jsou směsi, kde poměr jednotlivých komponent je v rozmezí od 1:10 do 10:1, zejména od 1:5 do 5:1.

Známe herbicidy, se kterými se sloučeniny vzorce III s výhodou mísí, zahrnují

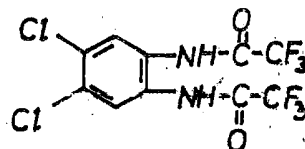
N,N-di-n-propyl-2,6-dinitro-4-(trifluormethyl)-anilin,
N,N-di-n-propyl-2,6-dinitro-4-methylanilin,
N-ethyl-N-butyl-2,6-dinitro-4-(trifluormethyl)-anilin,
N,N-di-n-propyl-2,6-dinitro-4-(methylsulfonyl)-anilin,
N,N-di-propyl-2,6-dinitro-4-sulfamoylanilin,
N,N-di-n-propyl-2,6-dinitro-4-isopropylanilin,
N,N-di-n-propyl-2,6-dinitro-4-terc.butylanilin,
N,N-bis(2-chlorethyl)-2,6-dinitro-4-methylanilin.

Stejných výsledků se dosáhlo jestliže se kombinovala jiná nová sloučenina vzorce

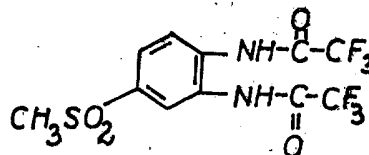
III s jiným dinitroanilinem uvedeným výše. Obecně se dobré výsledky získají, jestliže se směsi používají v množství od 0,55 do 8,8 kg N-(2,2-difluoralkanoyl)-o-fenylendiaminu na hektar a od 0,28 do 2,77 kg dinitroanilinu na hektar.

Téměř stejné výsledky s výsledky výše uvedenými u předcházejících testů se získají, jestliže se používá N¹-trifluoracetyl-N²-(2-furoyl)-5'-methylsulfonyl-o-fenylendiamin.

Pro srovnání byly provedeny testy se sloučeninou vzorce



známou z amerického patentu č. 3 557 211, označovanou zde jako sloučenina A, zatímco sloučenina vzorce



označovaná zde jako sloučenina D, představuje účinnou sloučeninu podle vynálezu.

Preemergentní herbicidní test

Test byl prováděn obdobně podle testu uvedeného v popisu v tabulce I.

Tabulka Ia

	A			D		
	1,1 kg/ha	2,2 kg/ha	4,4 kg/ha	1,1 kg/ha	2,2 kg/ha	4,4 kg/ha
kukuřice	1	1	1	2	2	2
bavlna	1	1	1	1	1	3
sója	1	1	1	2	2	4
vojtěška	1	1	2	1	3	5
cukrová řepa	1	2	5	5	5	5
rýže	1	1	2	2	2	3
okurky	1	1	2	4	5	5
rosička krvavá	1	1	2	4	4	4
hořčice	1	1	2	2	2	4
merlík	1	1	2	5	5	5
bér	1	1	1	3	4	4
mračňák	1	1	1	2	3	5
durman	1	1	1	3	3	4

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Herbicidní prostředek, vyznačený tím, že jako účinnou složku obsahuje sloučeninu obecného vzorce III,

kde

R^2 je trifluoracetyl nebo 2-furoyl a
 R^6 je methylsulfonyl a je umístěn v poloze 4 nebo 5.

