

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

207776
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
A 01 N 43/58



URAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 20 02 79
(21) (PV 1137-79)
(32) (31) (33) Právo přednosti od 25 02 78
(P 28 08 193.8)
Německá spolková republika
(40) Zveřejněno 15 09 80
(45) Vydáno 15 03 84

(72)
Autor vynálezu

ROHR WOLFGANG dr., MANNHEIM, HANSEN HANSPETER dr.,
LUDWIGSHAFEN, WUERZER BRUNO dr., LIMBÜRGERHOF a OESER
HEINZ-GUENTER dr., LUDWIGSHAFEN (NSR)

(73)
Majitel patentu

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, LUDWIGSHAFEN (NSR)

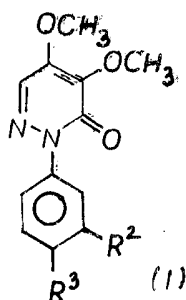
(54) Herbicidní prostředek

1

Vynález se týká nových cenných pyridazonů, herbicidních prostředků, obsahujících tyto sloučeniny jako účinné látky, jakož i způsobu potírání nežádoucích rostlin za použití těchto sloučenin.

Je již známo používání 1-fenyl-4,5-dimethoxy-6-pyridazonu, 1-(m-trifluormethylfenyl)-4,5-dimethoxy-6-pyridazonu a 1-(m-tetrafluorethoxyfenyl)-4-methylamino-5-chlor-6-pyridazonu jako herbicidů (viz DOS číslo 2 526 643, belgický patentní spis č. 728 164 a německý patentní spis č. 1 197 676).

Nyní bylo zjištěno, že substituované pyridazony obecného vzorce I



ve kterém

R² znamená difluormethylovou skupinu, atom fluoru, atom chloru nebo zbytek

2

—X—R⁴,

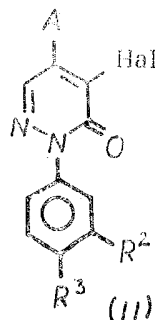
kde

X představuje kyslík nebo síru a

R⁴ znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku a 2 až 6 atomy halogenů, například zbytek —CHF₂, —CF₂—CHF₂, —CF₂—CHF—CF₃, —CF₂—CHFCl, —CF₂CHFBr nebo CF₃ a

R³ buď představuje atom vodíku v případě, že R² znamená difluormethylovou skupinu nebo shora definovaný zbytek —X—R⁴, nebo představuje atom fluoru v případě, že R² znamená atom fluoru nebo chloru, vykazují dobrý herbicidní účinek.

Nové sloučeniny shora uvedeného obecného vzorce I je možno vyrobit tak, že se 4,5-dihalogen- nebo 4-methoxy-5-halogenpyridazony obecného vzorce II,



ve kterém

A znamená atom halogenu (chloru nebo bromu) nebo methoxyskupinu,

Hal představuje atom halogenu (chloru nebo bromu) a

R² a R³ mají shora uvedený význam, nechají reagovat s methoxidem obecného vzorce



kde

B představuje sodík nebo draslík, v přítomnosti organické kapaliny.

Jako výchozí látky potřebné 4-methoxy-5-halogenpyridazonu a 4,5-dihalogenpyridazonu jsou buď známé, nebo je lze získat analogicky postupům popsaným v německém patentním spisu 1 210 241 a v DOS číslo 2 526 643, a to tak, že se z příslušné diazoniové soli redukcí, obvyklým způsobem, připraví substituované hydraziny, které se buď bez izolace nebo po izolaci ve formě solí, o sobě známým způsobem, podrobí reakci s 3-formyl-2,3-dihalogenakrylovou kyselinou za vzniku odpovídajících pyridazonů.

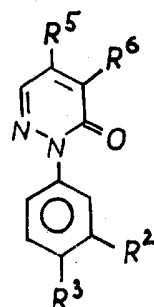
Izolace substituovaných hydrazinů ve formě solí, například ve formě hydrochloridů, před následující reakcí na odpovídající py-

ridazonu, vede ovšem k čistějším produktům.

Při výrobě 4,5-dimethoxypyridazonu reakcí s methoxidem se při použití odpovídajícího 4,5-dihalogenpyridazonu používá na každý mol pyridazonu 2 mol methoxidu a při použití 4-methoxy-5-halogenpyridazonu se na každý mol pyridazonu používá 1 mol methoxidu.

Jako organické kapaliny se používají takové kapaliny, které jsou při teplotách 100 až 160 °C inertní vůči methoxidům, například toluen a xylen. Reakci je možno provádět při teplotě v rozmezí 100 až 160 °C.

Potřebné výchozí látky mají následující fyzikální konstanty:



R ⁵	R ⁶	R ²	R ³	teplota tání [°C]
Cl	Cl	F	F	196 až 197
Cl	Cl	—CHF ₂	H	118 až 119
Br	Br	O—CF ₂ —CHF—CF ₃	H	72 až 74
Cl	Cl	Cl	F	200 až 202
CH ₃ O	Cl	—SCF ₃	H	129 až 131
Cl	Cl	OCF ₂ —CHF ₂	H	74 až 75
Cl	Cl	O—CHF ₂	H	143 až 144
Br	Br	O—CF ₂ —CHFCl	H	72 až 74
Br	Br	OCF ₃	H	86 až 88
Cl	Cl	OCF ₂ —CHFBr	H	67 až 68

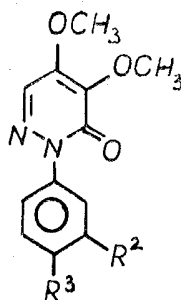
Příklad 1

7,2 dílu (díly hmotnostní) 30 % (hmotnostní procenta) roztoku methoxidu sodného se ve vakuu odpaří k suchu a zbytek se rozmíchá ve 250 dílech toluenu. Po přidání 10,8 dílu 1-(3-trifluormethylthiofenyl)-4-methoxy-5-chlor-6-pyridazonu se výsledná suspenze 2 hodiny vaří pod zpětným chladičem, potom se zfiltruje a toluen se odpaří ve vakuu. Po překrystalování odparku z isopropanolu se získá 5,9 dílu 1-(3-trifluormethylthiofenyl)-4,5-dimethoxy-6-pyridazonu o teplotě tání 93 až 95 °C.

Příklad 2

39,6 dílu 30% roztoku methoxidu sodného se ve vakuu odpaří k suchu, zbytek se rozmíchá v 500 dílech toluenu, přidá se 36,6 dílu 1-(3-difluormethoxyfenyl)-4,5-dichlor-6-pyridazonu a výsledná směs se 2 hodiny vaří pod zpětným chladičem. Po zfiltrování se toluen odpaří ve vakuu. Získá se 28 dílů 1-(3-difluormethoxyfenyl)-4,5-dimethoxy-6-pyridazonu, tajícího po chromatografii na silikagelu za použití směsi toluenu a acetonu (7:3), jako elučního činidla při 48 až 50 °C.

Analogickým způsobem se připraví následující sloučeniny:



R ²	R ³	teplota tání [°C]
F	F	136 až 138
—OCF ₂ —CHF ₂	H	81 až 83
—CHF ₂	H	52 až 55
—O—CF ₂ —CHF—CF ₃	H	58 až 60
Cl	F	148 až 149
—OCF ₃	H	84 až 85
—OCF ₂ —CHFCI	H	64 až 65
—OCF ₂ —CHFCBr	H	68 až 69

Aplikace účinných látek podle vynálezu se provádí formou např. přímo rozstřikovatelných roztoků, prášků, suspenzí, a to i vysokoprocentních vodných, olejových nebo jiných suspenzí nebo disperzí, emulzí, olejových disperzí, past, popraší, posypů, granulátů, a to postřikem, zamlžováním, poprašováním, posypem nebo formou zálivky. Aplikací formy prostředků se zcela řídí účely použití.

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

Vodné aplikační formy se mohou připravovat z emulzních koncentrátů, past nebo ze smáčitelných prášků, či olejových disperzí přidáním vody. Pro přípravu emulzí, past nebo olejových disperzí se mohou látky jako takové, nebo rozpuštěny v oleji nebo rozpouštědle, homogenizovat pomocí smáčedel, adheziv, dispergátorů nebo emulgátorů ve vodě. Mohou se však připravovat také koncentráty, sestávající z účinné látky, smáčedla, adheziva, dispergátoru nebo emulgátoru a eventuálně rozpouštědla nebo oleje, které jsou vhodné k ředění vodou.

Z povrchově aktivních látek lze jmenovat: soli kyselin ligninsulfonové s alkalickými kovy, s kovy alkalických zemin a soli amoniové, odpovídající soli kyselin naftalensul-

fonových, fenolsulfonových, alkylarylsulfonátů, alkylsulfátů, alkylsulfonátů, soli kyselin dibutyl-naftalensulfonové s alkalickými kovy a s kovy alkalických zemin, laurylethersulfát, sulfatované mastné alkoholy, dále soli mastných kyselin s alkalickými kovy a s kovy alkalických zemin, soli sulfatovaných hexadekanolů, heptadekanolů, oktadekanolů, soli sulfatovaných glykoetherů mastných alkoholů, kondenzační produkty sulfonovaného naftalenu a derivátů naftalenu s formaldehydem, kondenzační produkty naftalenu, popřípadě kyselin naftalensulfonových s fenolem a formaldehydem, polyoxyethylenoktylfenoethery, ethoxylované isooktylfenol-, oktylfenol-, nonylfenol-, alkylfenol-polyglykoethery, tributylfenylpolyglykol-ethery, alkylaryl-polyetheralkoholy, isotridecylalkohol, kondenzační produkty mastných alkoholů s ethylenoxidem, ethoxylovaný ricinový olej, polyoxyethylenalkylethery, ethoxylovaný polyoxypropylen, laurylalkoholpolyglykoetheracetal, estery sorbitu, lignin, sulfity, odpadní louhy a methylcelulózu.

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

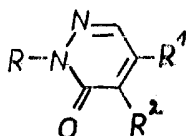
Granuláty, například obalované granuláty, impregnované granuláty a homogenní granuláty, se mohou vyrábět vázáním účinných látek na pevné nosné látky. Pevnými nosiči jsou například minerální hlinky, jako je silikagel, kyseliny křemičité, silikáty, mastek, kaolín, attaclay, vápenec, vápno, křída, bolus, spraš, jíl, dolomit, křemelina, síran vápenatý a síran hořečnatý, kysličník hořečnatý, mleté umělé hmoty, hnojiva, jako je například superfosfát, síran amonný, fosforečnan amonný, dusičnan amonný, močoviny a rostlinné produkty, jako je obilná moučka, moučka z kůry stromů, dřevěná moučka a moučka z ořechů.

vých skořápek, prášková celulóza a další pevné nosné látky.

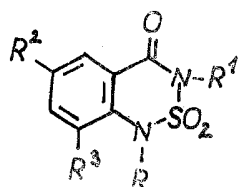
Prostředky podle vynálezu obsahují 0,1 až 95 % účinné látky, výhodně 0,5 až 90 % hmotnostních.

Nové herbicidně účinné pyridazony podle vynálezu je možno mísit a aplikovat společně s velkou paletou jiných účinných látek, náležejících k herbicidům a regulátorům růstu různých typů. Jako příklady těchto látek, které je možno mísit se sloučeninami podle vynálezu, přicházejí v úvahu anilidy,

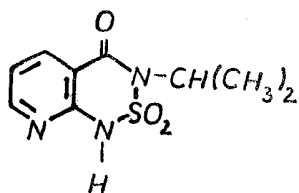
diaziny, benzthiazinony, 2,6-dinitroaniliny, N-fenylkarbamáty, biskarbamáty, thiolkarbamáty, halogenované karboxylové kyseliny, triaziny, amidy, močoviny, difenylethery, triazinony, uracily, benzofuranové deriváty apod. Takovéto kombinace slouží k rozšíření spektra účinku a dochází u nich někdy i k synergickému účinku. Jako příklady řady účinných látek, které je možno pro různé aplikační účely kombinovat s novými sloučeninami podle vynálezu, se uvádějí:



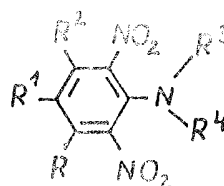
R	R¹	R²
	NH₂	Cl
	NH₂	Br
	NH₂	Cl
		Cl
	—NHCH₃	Cl
	—NHCH₃	Cl
		Cl



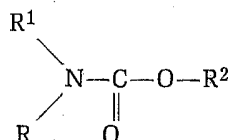
R	R ¹	R ²	R ³	
H	i-C ₃ H ₇	H	H	nebo soli této sloučeniny
H	i-C ₃ H ₇	H	CH ₃	nebo soli této sloučeniny
-CH ₂ -OCH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H	



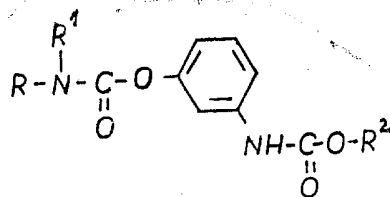
nebo soli této sloučeniny



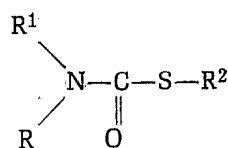
R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
H	F ₃ C	H	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
H	F ₃ C	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
H	F ₃ C	H	-CH ₂ -CH ₂ Cl	n-C ₃ H ₇
H	SO ₂ NH ₂	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
H	F ₃ C	H	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ -
H ₃ C	H ₃ C	H	H	-CH(C ₂ H ₅) ₂
H	F ₃ C	NH ₂	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
H	H ₃ C	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇



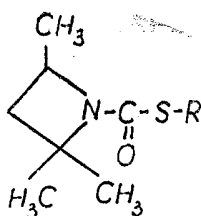
R	R ¹	R ²
	H	i-C ₃ H ₇
	H	-CH(CH ₃)C≡CH
	H	-CH ₂ -C≡C-CH ₂ Cl
	H	i-C ₃ H ₇
	H	-CH(CH ₃)-CO-NH-C ₂ H ₅
	H	-N=C(CH ₃) ₂



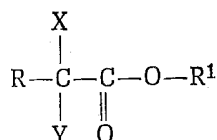
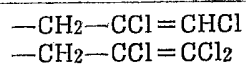
R	R ¹	R ²
	H	CH ₃
	H	C ₂ H ₅
	CH ₃	CH ₃
	H	C ₂ H ₅
	H	C ₂ H ₅

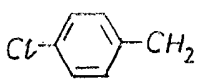
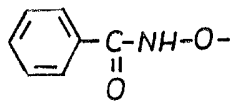
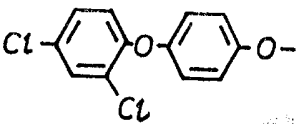
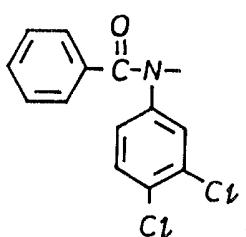
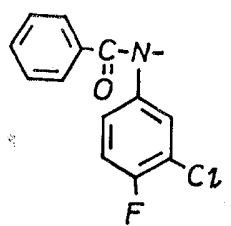
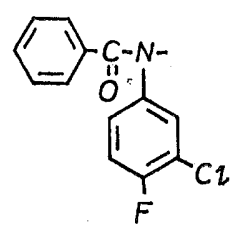
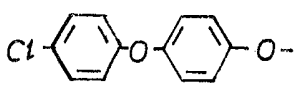


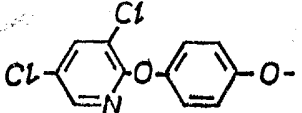
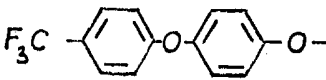
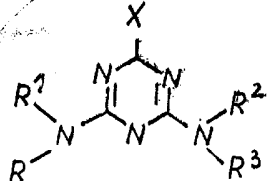
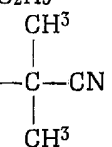
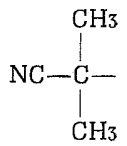
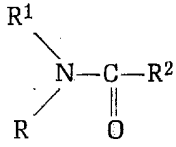
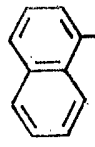
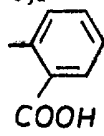
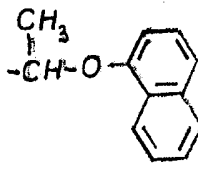
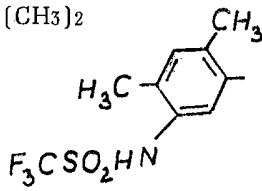
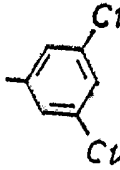
R	R ¹	R ²
i-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	-CH ₂ -CCl=CCl ₂
i-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	-CH ₂ -CCl=CHCl
n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅
	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
sek-C ₄ H ₉	sek-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅
n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅
	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
i-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	
i-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	



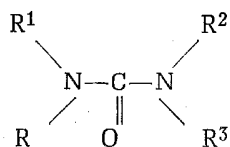
R

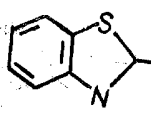
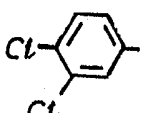
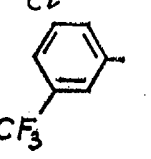
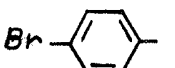
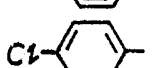
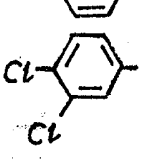
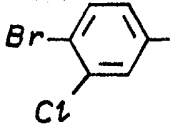
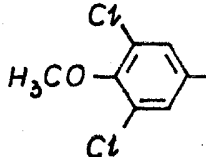
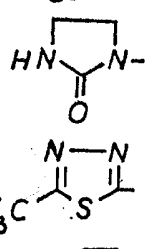
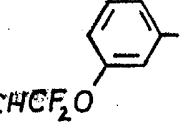
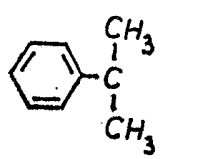
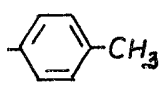


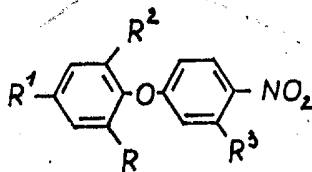
R	X	Y	R ¹
CH ₃	Cl	Cl	Na
	Cl	H	CH ₃
	H	H	H
Cl	Cl	Cl	Na
	H	CH ₃	CH ₃
	H	CH ₃	C ₂ H ₅
C ₂ H ₅	Cl	Cl	Na
	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇
	H	CH ₃	CH ₃
	H	CH ₃	-CH ₂ -CH(CH ₃) ₂

R		X	Y	R ¹
		H	CH ₃	Na
		H	CH ₃	CH ₃
				
R	R ¹	R ²	R ³	X
H	terc.-C ₄ H ₉	H	C ₂ H ₅	SCH ₃
H	i-C ₃ H ₇	H	i-C ₃ H ₇	SCH ₃
H	i-C ₃ H ₇	H	C ₂ H ₅	SCH ₃
H	CH ₃	H	i-C ₃ H ₇	SCH ₃
H	i-C ₃ H ₇	H	C ₂ H ₅	Cl
H	i-C ₃ H ₇	H		Cl
H	C ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅	Cl
H	C ₂ H ₅	H		Cl
H	i-C ₃ H ₇	H	i-C ₃ H ₇	Cl
H	i-C ₃ H ₇	H	i-C ₃ H ₇	OCH ₃
H		H		Cl
H	C ₂ H ₅	H	—CH(CH ₃)—CH ₂ —OCH ₃	Cl
H	C ₂ H ₅	H	—CH(CH ₃)—C≡CH	Cl
				
R		R ¹	R ²	
CH ₃		CH ₃	—CH(C ₆ H ₅) ₂	
		H		
C ₂ H ₅		C ₂ H ₅		
HC≡C—C(CH ₃) ₂		H		
		H	CH ₃	

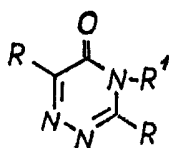
207776



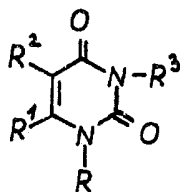
R	R ¹	R ²	R ³
$\text{terc.} - \text{H}_9\text{C}_4\text{HN} - \text{CO} - \text{C}_6\text{H}_5$	H	CH ₃	CH ₃
	H	CH ₃	H
	H	CH ₃	CH ₃
	H	CH ₃	CH ₃
	H	CH ₃	OCH ₃
	H	CH ₃	OCH ₃
	H	CH ₃	OCH ₃
	H	CH ₃	OCH ₃
	H	CH ₃	CH ₃
		H	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$
	CH ₃	H	CH ₃
	H	CH ₃	CH ₃
	H	H	



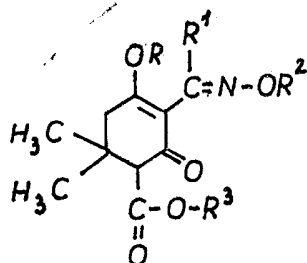
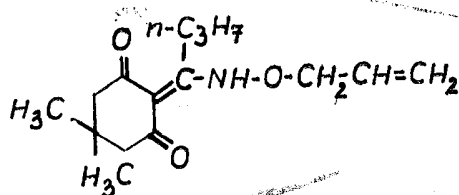
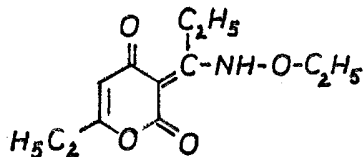
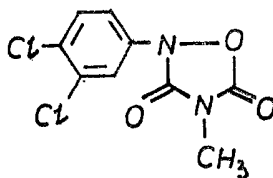
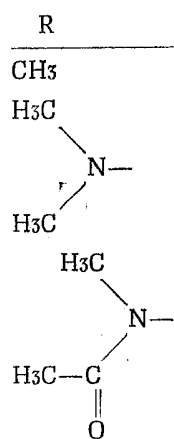
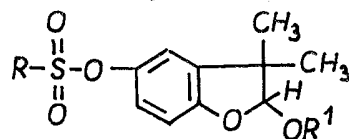
R	R ¹	R ²	R ³
NO ₂	CF ₃	H	H
Cl	CF ₃	H	COOH
			nebo soli či estery této sloučeniny
Cl	Cl	H	$\begin{array}{c} \text{—C—OCH}_3 \\ \\ \text{O} \end{array}$
H	CF ₃	Cl	—OC ₂ H ₅



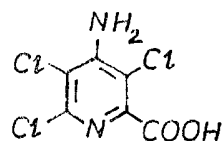
R	R ¹	R ²
terc.-C ₄ H ₉	NH ₂	SCH ₃
	NH ₂	CH ₃
terc.-C ₄ H ₉	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{—N=CH—CH—} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	SCH ₃



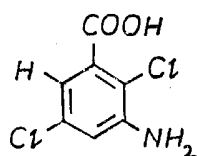
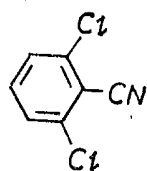
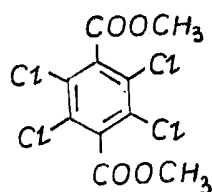
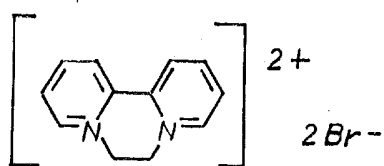
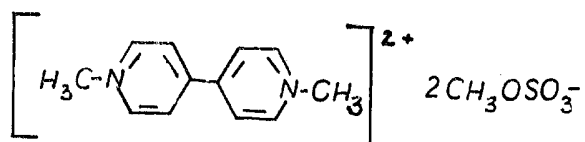
R	R ¹	R ²	R ³
H	CH ₃	Br	CH ₃
H	CH ₃	Cl	—CH—C ₂ H ₅
H	CH ₃	Cl	terc.C ₄ H ₉
H	—(CH ₂) ₃ —		
H	CH ₃	Br	
			C ₃ H ₇



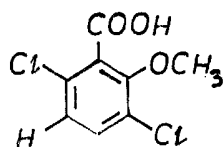
R	R ¹	R ²	R ³
H Na	n-C ₃ H ₇ n-C ₃ H ₇	-CH ₂ -CH=CH ₂ -CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₃ CH ₃



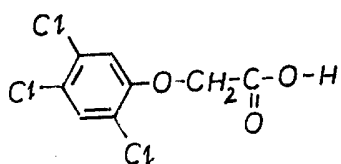
nebo soli či estery této
sloučeniny



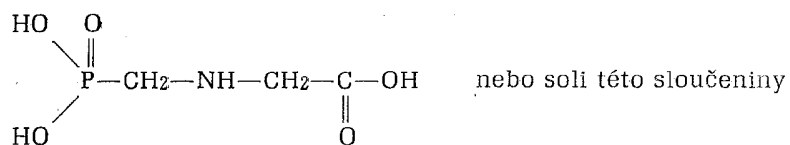
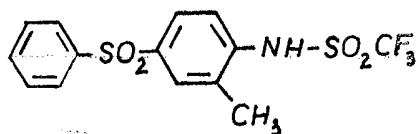
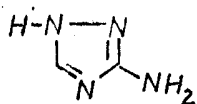
nebo soli, estery či amidy této
sloučeniny



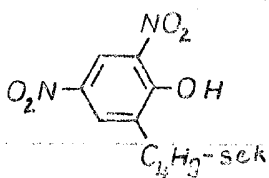
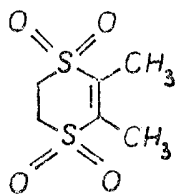
nebo soli, estery či amidy této
sloučeniny



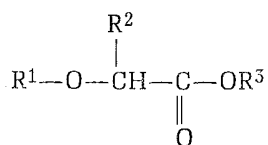
nebo soli, estery či amidy této
sloučeniny



nebo soli této sloučeniny

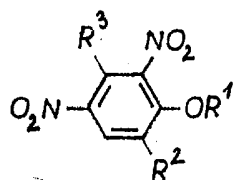


nebo soli této sloučeniny

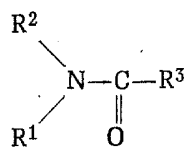


R ¹	R ²	R ³	
	H	H	solí, estery, amidy
	CH ₃	H	solí, estery, amidy
	H	H	solí, estery, amidy
	CH ₃	H	solí, estery, amidy
	H	H	solí, estery, amidy
	CH ₃	H	solí, estery, amidy

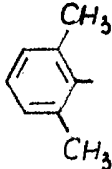
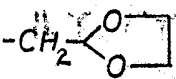
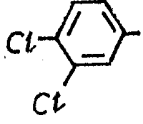
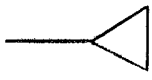
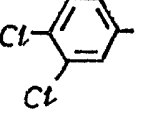
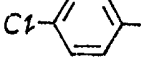
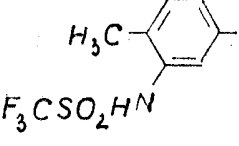
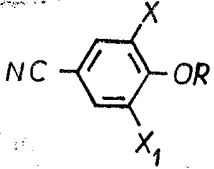
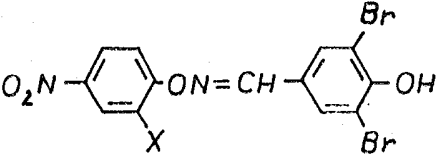
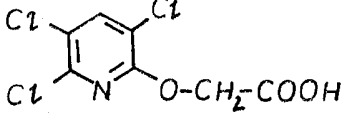
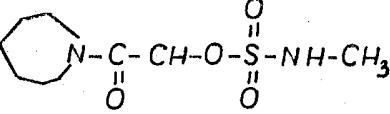
207776

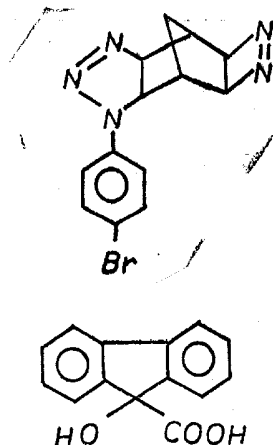


R ¹	R ²	R ³	
$\begin{array}{c} \text{—C—CH}_3 \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$	sek.-C ₄ H ₉	H	
$\begin{array}{c} \text{—C—CH}_3 \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$	terc.-C ₄ H ₉	H	
$\begin{array}{c} \text{—C—CH}_3 \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$	terc.-C ₄ H ₉	CH ₃	
H	CH ₃	H	sol i a estery
H	sek.-C ₄ H ₉	H	sol i a estery
H	terc.-C ₄ H ₉	H	sol i a estery
H	terc.-C ₄ H ₉	CH ₃	sol i a estery



R ¹	R ²	R ³
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{—CH—C}\equiv\text{CH} \end{array}$	CH ₂ Cl
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{—CH—CH}_2\text{—OCH}_3 \end{array}$	CH ₂ Cl
	—CH ₂ —CH ₂ OCH ₃	CH ₂ Cl
	—CH ₂ —OCH ₃	CH ₂ Cl
	$\begin{array}{c} \text{—CH}_2\text{—C—OC}_2\text{H}_5 \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$	CH ₂ Cl
	—CH ₂ —O—C ₄ H ₉ n	CH ₂ Cl

R ¹	R ²	R ³
		CH ₂ Cl
	H	
	H	C ₂ H ₅
	H	—C(CH ₃) ₂ —C ₃ H ₇
	H	CH ₃
		
X	X ₁	R
Br	Br	H a soli
J	J	H a soli
Br	Br	—C(=O)—(CH ₂) ₆ —CH ₃
		
X = NO ₂ CN		a soli
		
		soli a estery
		



Příklad 3

Herbicidní účinky nových sloučenin

Vliv různých účinných látek podle vynálezu na klíčení a růst nežádoucích a žádoucích rostlin dokládají následující pokusy. Jednotlivé série pokusů byly prováděny ve skleníku a ve volné přírodě.

I. Pokusy ve skleníku

Do květináčů z plastické hmoty, o obsahu 300 cm³, naplněných hlinitopísčitou půdou s obsahem 1,5 % humusu, se odděleně, mělce zasejí semena jednotlivých druhů pokusných rostlin uvedených v tabulce. Při preemergentním ošetření se bezprostředně poté aplikuje na povrch půdy účinná látka. Pro aplikační účely se účinné látky suspendují nebo emulgují ve vodě a za pomoci trysek, umožňujících jemné rozptýlení, se aplikují postřikem na povrch půdy. Po aplikaci účinné látky se květináče mírně pokropí vodou, aby se povzbudilo klíčení a růst rostlin a současně aktivoval chemický prostředek. Nádoby se pak, až do vzejití rostlin, zakryjí průhlednými víčky z plastické hmoty. Tímto zakrytím se docílí rovnoměrného vyklíčení pokusných rostlin (pokud nebyly ještě poškozeny účinným prostředkem).

Pro účely postemergentního ošetření se rostliny podle svého habitu vypěstují v pokusných nádobách až do výšky 3 až 10 cm a pak se teprve provede ošetření. V tomto případě se pokusné nádoby nezakryjí. Pokusy se provádějí ve skleníku, přičemž tepломilné druhy rostlin se s výhodou umísťují do teplejších sekcí skleníku (25 až 40 °C) a rostliny, kterým více vyhovuje střední klima, se umísťují do chladnějších sekcí skleníku (15 až 30 °C). Pokusy trvají 4 až 6 týdnů. Během této doby se rostliny pěstují obvyklým způsobem a hodnotí se jejich reakce na jednotlivá ošetření. V níže uvedených tabulkách jsou uvedeny testované sloučeniny, příslušné dávky účinných látek v kg/ha a druhy pokusných rostlin. Vyhodnocení se provádí za pomoci stupnice 0 až 100, kde 0 znamená žádné poškození nebo normální vzejití a 100 představuje žádné vze-

jití, popřípadě úplné zničení přinejmenším nadzemních částí rostlin.

II. Polní pokusy,

Pokusy se provádějí na malých pokusných parcelách na stanovišti s hlinitopísčitou půdou o pH 5 až 6, obsahující 1 až 1,5 % humusu. Používá se preemergentního ošetření, které se provádí vždy buď bezprostředně po zasetí nebo nejpozději do 3 dnů po zasetí. Kulturní rostliny se vysévají vždy do řádků. Na pokusném poli se přirozeně vyskytují plevely různých druhů a seskupení. Testované látky se emulgují nebo suspendují ve vodě jako nosném a dispergačním prostředí a aplikují se motorovým postřikovacím zařízením. Při nedostatku přirozených srážek se k zajištění klíčení a růstu užitkových rostlin a plevelů provádí umělé zavlažování. Všechny pokusy probíhají několik týdnů nebo měsíců. Během této doby se v různých časových intervalech provádí vyhodnocení pokusu za použití shora definované stupnice 0 až 100.

Výsledky

Z pokusů vyplývá, že nové sloučeniny vykazují vysokou herbicidní účinnost (viz tabulky 2, 3, 4, 5 a 6). Sloučeniny podle vynálezu jsou výhodnější než známé účinné látky, buď pokud jde o jejich vyšší herbicidní účinek proti nežádoucím rostlinám, nebo o jejich značně lepší snášenlivost pro kulturní rostliny.

Sloučeniny podle vynálezu představují selektivní herbicidně účinné sloučeniny k potírání nežádoucích rostlin v zemědělských, zahradnických nebo lesních kulturách. Popisované sloučeniny je možno rovněž používat k totálnímu odstraňování nežádoucího rostlinného porostu na nekulturních půdách, jako například na cestách a silnicích, parkovacích plochách a různých plochách v průmyslových závodech. Dále je možno sloučeniny podle vynálezu používat k potlačování růstu nebo k hubení bylinných nežádoucích rostlin v kulturách bobulovitěho ovoce, ovocných stromů, ořešáků a vinné révy.

Jako příklady užitkových rostlin, ve kterých je možno prostředky podle vynálezu používat, se uvádějí:

botanický název	český název
<i>Allium cepa</i>	cibule
<i>Ananas comosus</i>	ananas
<i>Arachis hypogaea</i>	podzemnice olejná
<i>Asparagus officinalis</i>	chřest
<i>Avena sativa</i>	oves setý
<i>Beta vulgaris</i> spp. <i>altissima</i>	řepa cukrovka
<i>Beta vulgaris</i> spp. <i>rapa</i>	krmná řepa
<i>Beta vulgaris</i> spp. <i>esculenta</i>	červená řepa
<i>Brassica napus</i> var. <i>napus</i>	řepka
<i>Brassica napus</i> var. <i>napobrassica</i>	tuřín
<i>Brassica napus</i> var. <i>rapa</i>	bílá řepa
<i>Brassica napus</i> var. <i>silvestris</i>	řepka olejka
<i>Camellia sinensis</i>	čajovník
<i>Carthamus tinctorius</i>	světlíce barvířská
<i>Carya illinoensis</i>	ořechoves pekan
<i>Citrus limon</i>	citroník
<i>Citrus maxima</i>	citroník největší
<i>Citrus reticulata</i>	mandarinka
<i>Citrus sinensis</i>	pomeranč
<i>Coffea arabica</i> (<i>Coffea canephora</i> , <i>Coffea liberica</i>)	kávovník
<i>Cucumis melo</i>	meloun
<i>Cucumis sativus</i>	okurka
<i>Cynodon dactylon</i>	troskut
<i>Daucus carota</i>	mrkev
<i>Elaeis guineensis</i>	kokosová palma
<i>Fragaria vesca</i>	jahodník obecný
<i>Glycine max</i>	sója
<i>Gossypium hirsutum</i>	bavlník
(<i>Gossypium arboreum</i>	bavlník
<i>Gossypium herbaceum</i>	bavlník
<i>Gossypium vitifolium</i>)	bavlník
<i>Helianthus annuus</i>	slunečnice
<i>Helianthus tuberosus</i>	topinambur
<i>Hevea brasiliensis</i>	kaučukovník
<i>Hordeum vulgare</i>	ječmen
<i>Mumulus lupulus</i>	chmel
<i>Ipomoea batatas</i>	sladký brambor
<i>Juglans regia</i>	vlašský ořech
<i>Lactuca sativa</i>	salát
<i>Lens culinaris</i>	čočka jedlá
<i>Linum usitatissimum</i>	len
<i>Lycopersicon lycopersicum</i>	rajské jablíčko
<i>Malus</i> spp.	jabloň
<i>Manihot esculenta</i>	tapioka
<i>Medicago sativa</i>	vojtěška
<i>Mentha piperita</i>	máta peprná
<i>Musa</i> spp.	banánovník
<i>Nicotiana tabacum</i> (<i>N. rustica</i>)	tabák
<i>Olea europaea</i>	oliva
<i>Oryza sativa</i>	rýže
<i>Panicum miliaceum</i>	proso
<i>Phaseolus lunatus</i>	fazol
<i>Phaseolus mungo</i>	
<i>Phaseolus vulgaris</i>	keříčkový fazol
<i>Pennisetum glaucum</i>	—
<i>Petroselinum crispum</i> spp. <i>tuberosum</i>	petržel kořenová
<i>Picea abies</i>	smrk
<i>Abies alba</i>	jedle obecná
<i>Pinus</i> spp.	borovice
<i>Pisum sativum</i>	hrách
<i>Prunus avium</i>	třešeň
<i>Prunus domestica</i>	švestka

botanický název	český název
<i>Prunus dulcis</i>	mandloň
<i>Prunus persica</i>	broskvoň
<i>Pyrus communis</i>	hrušeň
<i>Ribes sylvestre</i>	rybíz červený
<i>Ribes uva-crispa</i>	angrešt
<i>Ricinus communis</i>	skočec
<i>Saccharum officinarum</i>	cukrová třtina
<i>Secale cereale</i>	žito
<i>Sesamum indicum</i>	sesam
<i>Solanum tuberosum</i>	brambory
<i>Sorghum bicolor</i> (s. <i>vulgare</i>)	čirok dvojbarevný
<i>Sorghum dochna</i>	čirok
<i>Spinacia oleracea</i>	špenát
<i>Theobroma cacao</i>	kakaovník
<i>Trifolium pratense</i>	jetel
<i>Triticum aestivum</i>	pšenice
<i>Vaccinium corymbosum</i>	borůvky
<i>Vassinium vitis-idaea</i>	brusinky
<i>Vicia faba</i>	bób koňský
<i>Vigna sinensis</i> (V. <i>unguiculata</i>)	bob
<i>Vitis vinifera</i>	vinná réva
<i>Zea mays</i>	kukuřice

Níže uvedené tabulky dokládají účinnost sloučenin podle vynálezu při preemergentní a postemergentní aplikaci. Kromě povrchové aplikace je pochopitelně možno účinný prostředek rovněž zapravovat do půdy. V kulturách užitkových rostlin se účinný prostředek může do půdy zapracovat před setím nebo mezi již vzešlé užitkové rostliny.

V úvahu přicházejí i speciální aplikační metody, jako postřik pod list (post-directed, lay-by). V tomto případě se proud postřiku směřuje tak, aby pokud možno nedošlo k jeho kontaktu s listy vzešlých, citlivých kulturních rostlin, ale aby postřik zasáhl po-

vrch půdy pod těmito kulturními rostlinami nebo zde rostoucí nežádoucí rostliny.

V souladu s mnohostranností aplikačních metod je možno účinné látky podle vynálezu nebo prostředky, které je obsahují, nasazovat k potírání nežádoucích rostlin nejen v užitkových rostlinách, uvedených v tabulkách, ale i ve velkém množství jiných kulturních rostlin. Spotřeby přitom mohou, v závislosti na potíraných rostlinách, činit 0,1 až 15 kg/ha nebo více.

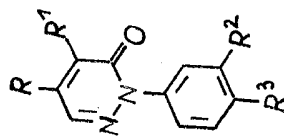
V následující části jsou uvedeny tabulky shrnující výsledky shora popsaných testů.

Tabulka 1

seznam pokusných rostlin		
latinský název	zkratka užívaná v tabulkách	český název
<i>Abutilon theophrasti</i>	Abutilon theo.	abutilon
<i>Alopecurus myosuroides</i>	Alopec. myos.	psárka polní
<i>Amaranthus retroflexus</i>	Amar. retr.	laskavec ohnutý
<i>Avena fatua</i>	Avena fat.	oves hluchý
<i>Chenopodium album</i>	Chenop. alb.	merlík bílý
<i>Chrysanthemum segetum</i>	Chrys. seg.	kopretina osenní
<i>Ipomoea spp.</i>	Ipom. spp.	povíjnice
<i>Datura stramonium</i>	Datura stram.	durman
<i>Echinochloa crus galli</i>	Echin. c. g.	ježatka kuří noha
<i>Euphorbia geniculata</i>	Euph. gen.	prýšec
<i>Galium aparine</i>	Galium apar.	svízel přítula
<i>Glycine max</i>	Glyc. max	sója
<i>Gossypium hirsutum</i>	Gossyp. hirs.	bavlník
<i>Matricaria spp.</i>	Matric. spp.	heřmánek
<i>Oryza sativa</i>	Oryza sat.	rýže
<i>Polygonum persicaria</i>	Polyg. pers.	rdesno červivec
<i>Portulaca oleracea</i>	Port. oler.	šrucha zelná
<i>Sida spinosa</i>	Sida spin.	
<i>Sinapis alba</i>	—	hořčice bílá
<i>Solanum nigrum</i>	Solan. nigr.	lilek černý
<i>Stellaria media</i>	—	ptačinec žabinec
<i>Veronica spp.</i>	—	rozrazil

Tabulka 2

herbicidní účinek a snášitelnost pro kulturní rostliny při preemergentní aplikaci ve skleníku



účinná látk. č.	R	R ¹	R ²	R ³	dávka kg/ha	Glyc. max	Gossyp. hirs.	Oryza sat.	Abutilon theo.	Alopec. myos.	Amaranth. retr.
1	OCH ₃	OCH ₃	F	F	1,0	0	—	10	—	—	98
2	OCH ₃	OCH ₃	—CHF ₂	H	0,5	10	—	—	100	70	30
3	OCH ₃	OCH ₃	—OCF ₂ —CHF—CF ₃	H	1,0	10	—	—	100	100	100
					0,5	15	0	—	100	70	100
					1,0	55	0	—	100	98	100
4	OCH ₃	OCH ₃	—OCHF ₂	H	0,5	—	10	—	Portulac. 100	90	40
					1,0	—	20	—	100	95	75
5	OCH ₃	OCH ₃	—OCF ₂ —CHF ₂	H	0,5	—	0	—	Abutilon 100	92	98
					1,0	—	5	20	100	95	98
					2,0	—	10	60	—	95	95
A	OCH ₃	OCH ₃	H	H	0,5	15	40	20	90	52	78
{známá}					1,0	15	55	20	100	72	93

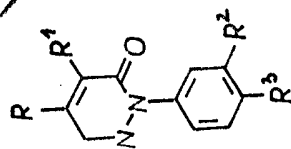
pokusné rostliny a poškození v %

účinná látk. č.	dávka kg/ha	Chrys. seg.	Datura stram.	Ipom. spp.	Matric. spp.	Sida spin.	Sinapis alba	Solan. nigr.	Stellaria media
1	1,0	90	80	—	100	70	90	98	—
2	0,5	—	95	100	100	100	—	100	100
3	1,0	—	95	100	100	100	—	100	100
	0,5	—	75	100	100	100	—	100	100
	1,0	—	95	100	100	100	—	100	100
4	0,5	Euph. gen. 100	—	65	100	70	—	45	90
	1,0	100	—	65	100	95	—	70	100
5	0,5	100	95	85	100	98	Echin. 55	98	100
	1,0	100	95	90	100	98	80	98	100
	2,0	100	—	100	100	100	95	95	100
A	0,5	95	89	66	100	53	98	92	94
(známá)	1,0	100	94	100	100	69	98	98	98

Legenda:

0 = bez poškození
100 = rostliny zničeny

Tabulka 3



účinná látka č.	R	R ¹	R ²	R ³	dávka kg/ha	Gossyp. hirs.	pokusné rostliny a poškození v %			
							Amar. retr.	Chenop. alb.	Echin. c. g.	Polyg. pers.
5	OCH ₃	OCH ₃	—OCF ₂ —CHF ₂	H	1,0	1	67	84	51	30
A (známá)	OCH ₃	OCH ₃	H	H	2,0	11	93	95	78	70
					1,0	20	90	92	37	10
					2,0	55	100	99	68	56
B (známá)		Cl	—OCF ₂ —CHF ₂	H	1,0	19	72	35	34	2
					2,0	36	92	60	58	12

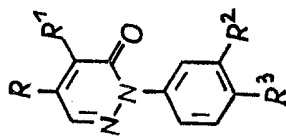
Legenda:

0 = bez poškození

100 = rostliny nevzházejí nebo odumírají

Tabulka 4

herbicidní účinek při postemergentní aplikaci ve skleníku



účinná látka č.	R	R¹	R²	R³	dávka kg/ha	Avena fat.	Echin. c. g.	pokusné rostliny a poškození v %			
								Amar. retr.	Euph. gen.	Galium Port. apar. oler.	Sida spin. Veronica spp.
5	OCH ₃	OCH ₃	—OCF ₂ —CHF ₂	H	1,0	100	98	100	100	95	100
3	OCH ₃	OCH ₃	—OCF ₂ —CHF—CF ₃	H	1,0	—	100	100	—	90	100
4	OCH ₃	OCH ₃	—OCHE ₂	H	1,0	100	85	90	20	100	100
2	OCH ₃	OCH ₃	—CHF ₂	H	1,0	—	100	—	—	80	60
6	OCH ₃	OCH ₃	—SCF ₃	H	1,0	—	80	—	—	92	—
A	OCH ₃	OCH ₃	H	H	1,0	80	70	75	22	60	80
známá											100

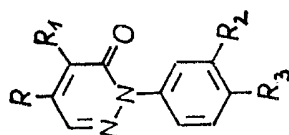
Legenda:

0 = bez poškození

100 = rostliny zničeny

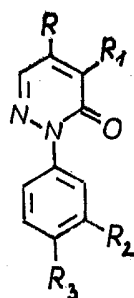
Tabulka 5

selektivní herbicidní účinek při preemergentní aplikaci ve skleníku

[illegible]

Tabulka 6

herbicidní účinek při postemergentní aplikaci ve skleníku



účinná látka č.	R	R ₁	R ₂	R ₃	pokusné rostliny a poškození v %					
					dávka kg/ha	Centaurea cyanus	Echinochloa crus galli	Ipomoea spp.	Lolium multiflorum	
7	—OCH ₃	—OCH ₃	—O—CF ₂ —CHFCl	H	3,0	100	100	100	100	
8	—OCH ₃	—OCH ₃	—O—CF ₂ —CHFBr	H	3,0	100	100	100	100	
9	—OCH ₃	—OCH ₃	—OCF ₃	H	3,0	100	100	100	100	

Příklad 4

90 hmotnostních dílů sloučeniny 1 se smísí s 10 hmotnostními díly N-methyl- α -pyrrolidonu, čímž se získá roztok, který je vhodný k aplikaci ve formě co nejmenších kapek.

Příklad 5

20 hmotnostních dílů sloučeniny 2 se rozpustí ve směsi, která sestává z 80 hmotnostních dílů xylenu, 10 hmotnostních dílů adičního produktu 8 až 10 mol ethylenoxidu na 1 mol N-monoethanolamidu, kyseliny olejové, 5 hmotnostních dílů vápenaté soli kyseliny dodecylbenzensulfonové a 5 hmotnostních dílů adičního produktu 40 mol ethylenoxidu na 1 mol ricinového oleje. Vylitím a jemným rozptýlením roztoku ve 100 000 hmotnostních dílech vody se získá vodná disperze, která obsahuje 0,02 % hmotnostního účinné látky.

Příklad 6

20 hmotnostních dílů sloučeniny 3 se rozpustí ve směsi, která sestává ze 40 hmotnostních dílů cyklohexanonu, 30 hmotnostních dílů isobutanolu, 20 hmotnostních dílů adičního produktu 7 mol ethylenoxidu na 1 mol isooktylfenolu a 10 hmotnostních dílů adičního produktu 40 mol ethylenoxidu na 1 mol ricinového oleje. Vylitím a jemným rozptýlením roztoku ve 100 000 hmotnostních dílech vody se získá vodná disperze, která obsahuje 0,02 % hmotnostního účinné látky.

Příklad 7

20 hmotnostních dílů sloučeniny 1 se rozpustí ve směsi, která sestává z 25 hmotnostních dílů cyklohexanolu, 65 hmotnostních dílů frakce minerálního oleje o teplotě va-

lů adičního produktu 40 mol ethylenoxidu adičního produktu 40 mol ethylenoxidu na 1 mol ricinového oleje. Vylitím a jemným rozptýlením roztoku ve 100 000 hmotnostních dílech vody se získá vodná disperze, která obsahuje 0,02 % hmotnostního účinné látky.

Příklad 8

20 hmotnostních dílů účinné látky 2 se důkladně promísí se 3 hmotnostními díly sodné soli kyseliny diisobutyl-naftalen- α -sulfonové, 17 hmotnostních dílů sodné soli kyseliny ligninsulfonové z odpadních sulfitových louhů a 60 hmotnostními díly práškovitého silikagelu, a získaná směs se rozemleje v kladivovém mlýnu. Jemným rozptýlením směsi ve 20 000 hmotnostních dílech vody se získá postřiková suspenze, která obsahuje 0,1 % hmotnostního účinné látky.

Příklad 9

3 hmotnostní díly sloučeniny 3 se důkladně promísí s 97 hmotnostními díly jemně rozmělněného kaolinu. Tímto způsobem se získá popraš, která obsahuje 3 % hmotnostní účinné látky.

Příklad 10

30 hmotnostních dílů sloučeniny 4 se důkladně smísí se směsí 92 hmotnostních dílů práškovitého silikagelu a 8 hmotnostních dílů parafinového oleje, který byl nastříkán na povrch tohoto silikagelu. Tímto způsobem se získá účinný přípravek s dobrou přilnavostí.

Příklad 11

40 hmotnostních dílů účinné látky 1 se

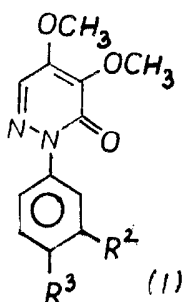
důkladně promísí s 10 díly sodné soli kondenzačního produktu fenolsulfonové kyseliny, močoviny a formaldehydu, 2 díly silikagelu a 48 díly vody, čímž se získá stabilní vodná disperze, jejímž zředěním 100 000 hmotnostními díly vody se připraví vodná disperze obsahující 0,04 % hmotnostního účinné látky.

Příklad 12

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

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že obsahuje pevný nebo kapalný nosič a jako účinnou látku substituovaný pyridazon obecného vzorce I



ve kterém

R^2 znamená difluormethylovou skupinu, atom fluoru, atom chloru nebo zbytek

$-X-R^4$,

kde

X představuje kyslík nebo síru a

R^4 znamená halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku a 2 až 6 atomy halogenů a

R^3 buď představuje atom vodíku v případě, že R^2 znamená difluormethylovou skupinu nebo shora definovaný zbytek $-X-R^4$, nebo představuje atom fluoru v případě, že R^2 znamená atom fluoru nebo chloru.