

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

293 984

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. :⁷

A 01 N 43/48

A 01 N 43/40

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1998-1781**

(22) Přihlášeno: **09.06.1998**

(30) Právo přednosti: **12.06.1997 US 1997/874116**

(40) Zveřejněno: **16.12.1998**
(Věstník č. 12/1998)

(47) Uděleno: **09.07.04**

(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **15.09.2004**
(Věstník č. 9/2004)

(73) Majitel patentu:

AMERICAN CYANAMID COMPANY, Madison, NJ,
US

(72) Původce:

Wood William Wakefield, Pennington, NJ, US
Cuccia Salvatore John, Lawrenceville, NJ, US
Treacy Michael Frank, Newtown, PA, US

(74) Zástupce:

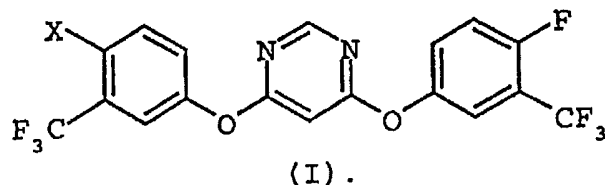
Čermák Karel Dr., Národní 32, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

**Způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů
neboli prodloužení ochrany rostlin před
napadením roztoči**

(57) Anotace:

Způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů nebo
prodloužení ochrany rostlin před napadením roztoči, při jehož
provádění se na listové rostlin aplikuje proti roztočům účinné
množství asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové
sloučeniny obecného strukturního vzorce I.



CZ 293984 B6

Způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů neboli prodloužení ochrany rostlin před napadením roztoči

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu zlepšení reziduální kontroly roztočů neboli prodloužení ochrany rostlin před napadením roztoči.

10

Dosavadní stav techniky

Roztoči způsobují vážné ekonomické ztráty na zahradních rostlinách a zemědělských plodinách. Roztoči devastují požíráním listů a zrajících plodů zejména citrusy a malvice.

15

Kontrola roztočů se realizuje tak, že se rostliny několikrát v průběhu růstového období ošetří komerčními přípravky určenými proti roztočům. Navzdory opakovaným aplikacím dnes dostupných komerčních přípravků proti roztočům stále dochází k poškození rostlin napadených roztoči. Neustále probíhající výzkum nyní objevil nová a účinnější činidla určená proti roztočům, která chrání rostliny před napadením roztoči bez toho, že by vyžadovala opakovanou aplikaci.

20

Určité pyrimidinové sloučeniny, které jsou použitelné jako činidla proti roztočům, jsou popsány ve WO 94/02 470. Nicméně tato publikace nepopisuje žádnou reziduální aktivitu proti roztočům.

25

Cílem vynálezu je tedy poskytnout způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů neboli prodloužení ochrany rostlin před napadením roztoči.

Tyto a další cíle vynálezu se stanou zřejmějšími po prostudování následujícího podrobného popisu.

30

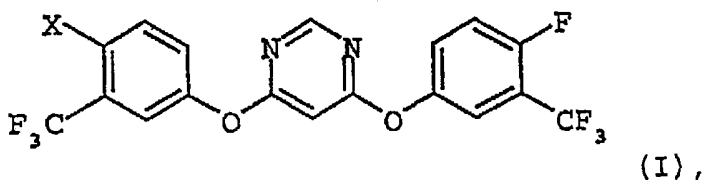
Podstata vynálezu

Vynález poskytuje způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů neboli prodloužení ochrany rostlin před napadením roztoči, při kterém se na listové rostliny aplikuje účinné množství asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny.

35

Vynález poskytuje způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů, při kterém se na listové rostliny náchylné na napadení roztoči aplikuje účinné množství asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny obecného strukturního vzorce I

40



ve kterém

X znamená atom chloru, nitroskupinu nebo kyanoskupinu.

45

Vynález poskytuje způsob prodloužení ochrany rostlin před napadením roztoči, při jehož provádění se na listy rostliny aplikuje účinné množství asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny obecného strukturního vzorce I.

Asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu a jejich odpovídající symetrické analogy jsou popsány ve WO 94/02 470. Tato publikace popisuje pouze hodnocení aktuální (nikoliv reziduální) účinnosti těchto sloučenin při kontrole roztočů. Nyní se překvapivě zjistilo, že pokud se biologický ekvivalent přesné dávky (tj. LC₉₉ hodnoty) pyrimidinových sloučenin aplikuje na rostliny, potom jsou asymetrické 4,6-bis(aryloxy)-pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu při reziduální kontrole roztočů podstatně účinnější než odpovídající symetrické pyrimidinové analogy.

Dlouhodobé ochrany proti roztočům lze dosáhnout jedinou aplikací asymetrické 4,6-bis(aryloxy)-pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu, by mohla podstatně redukovat zatížení životního prostředí v důsledku použití konvenčních přípravků určených pro ochranu rostlin před napadením roztoči.

U výhodného provedení vynálezu je asymetrickou 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinovou sloučeninou 4-[(4-chlor- α,α,α -trifluor-*m*-tolyl)oxy]-6-[(α,α,α 4-tetrafluor-*m*-tytol)oxy]-pyrimidin.

Sloučeniny obecného vzorce I podle vynálezu jsou použitelné zejména pro reziduální kontrolu býložravých roztočů, zahrnujících neomezuujícím způsobem Tetranychidae, jako například *Tetranychus urticae*, *Tetranychus pacificus*, *Tetranychus kanzawai*, *Panonychus ulmi*, *Panonychus citri* a *Oligonychus pratensis*; Tarsonemidae, jako například *Phytonemus pallidus* a *Polyphagotarsonemus latus*; Eriophyidae, jako například *Aculus schlechtendali*, *Phyllocoptrata oleivora* a *Eriophyes sheldoni*; a Tenuipalpidae, jako například *Brevipalpus phoenicis*. Asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu jsou použitelné zejména pro reziduální kontrolu *Tetranychus urticae*, *Panonychus ulmi*, *Panonychus citri* a *Brevipalpus phoenicis*.

Rostliny, které jsou před napadením roztoči dlouhodobě chráněny pomocí sloučenin obecného vzorce I podle vynálezu zahrnují neomezuujícím způsobem citrusy, například pomeranč, grapefruit, citrón a limetku; malvice, například jablko, hrušku a kiwi; peckoviny, například avokádo, broskev, třešeň, fik, olivu a mango; plazivé nebo popínavé rostliny, například hroznové víno, jahody a ostružiny; ořechy, například mandle, pekanový ořech, vlašský ořech, pistácie, kešu, lískový oříšek, kaštan a brazilský ořech; polní plodiny, například bavlnu, kukuřici, sóju, pšenici, tykev a vodní meloun; okrasné rostliny, například kvetoucí rostliny a okrasné keře; kávu; a čaj. Asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu jsou použitelné zejména pro dlouhodobou ochranu citrusů a malvic před napadením roztoči.

Dlouhodobá reziduální kontrola roztočů se zpravidla provádí tak, že se sadové a okrasné rostliny zpravidla ošetří kapalnou, výhodně vodnou, disperzí, která obsahuje přibližně 1 g/hl až 100 g/hl, výhodně 5 g/hl až 25 g/hl asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny obecného vzorce I. Tato disperze se v praxi zpravidla aplikuje na sadovou nebo okrasnou rostlinu pomocí závlahového systému.

Asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu jsou rovněž použitelné pro dlouhodobou reziduální kontrolu roztočů v polních plodinách, pokud se aplikují na plodiny v množství, které poskytne dávku přibližně 0,01 kg/ha až 1,0 kg/ha, výhodně přibližně 0,08 kg/ha až 0,3 kg/ha účinné látky.

Výraz „listoví“, jak je zde použit, zahrnuje neomezuujícím způsobem listy, pupeny, poupata, očka, plody, stonky, větve a/nebo květy rostlin. Výraz „sadová rostlina“, jak je zde použit, zahrnuje neomezuujícím způsobem citrusy, malvice, peckoviny, pnoucí a plazivé rostliny a ořechy. Výraz „okrasné rostliny“, jak je zde použit, zahrnuje neomezuujícím způsobem kvetoucí rostliny a okrasné keře a výraz „polní plodina“, jak je zde použit, zahrnuje neomezuujícím způsobem zeleninu, například tykev, vodní meloun a řádkové plodiny, například bavlnu, kukuřici, sóju a pšenici.

Asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu mohou být formulovány jako emulgovatelné koncentráty, tekoucí koncentráty nebo smáčitelné prášky, které jsou ředitelné vodou nebo dalšími vhodnými polárními rozpouštědly, zpravidla in situ, a následně aplikovány jako ředěný sprej. Asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny mohou být rovněž formulovány ve formě suchých kompaktních granulí, granulových formulací, poprášší, prachových koncentrátů, suspenzních koncentrátů, mikroemulzí apod. Tyto formulace nebo kompozice podle vynálezu zahrnují asymetrickou 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinovou sloučeninu podle vynálezu (nebo jejich kombinace) smísenou s jedním nebo několika zemědělsky přijatelnými inertními pevnými nebo kapalnými nosiči.

Následující příklady, které mají usnadnit pochopení vynálezu, mají pouze ilustrativní charakter a nikterak neomezuji rozsah vynálezu, který je jednoznačně vymezen přiloženými patentovými nároky.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Vyhodnocení reziduální protiroztočové aktivity proti svilušce chmelové dvoutečné (*Tetranychus bimaculatus*) za skleníkových podmínek

Listy rostlinek měsíční fazole seté se ponořily do 50 % acetonového testovaného roztoku. Každý testovaný roztok obsahoval testovanou sloučeninu v množství, odpovídajícím dvojnásobku hodnoty LC₉₉ pro svilušku chmelovou dvoutečnou. Použitá LC₉₉ hodnota označuje koncentraci sloučeniny v mg/l, která zahubí 99 procent svilušek chmelových dvoutečných při přesném stanovení dávky. Pomocí LC₉₉ hodnot se na počátku testu získaly biologicky ekvivalentní dávky pro akutní kontrolu. Rostliny se potom nechaly oschnout, zasadily na dno mělkých nádob, zalily a umístily do skleníku, kde se udržovaly 14 hodin denně na světle. Po uplynutí 0, 3 a 7 dnů po ošetření se ze skleníku odebraly vhodné rostliny a infikovaly se přibližně 50 a 60 jedinci svilušky chmelové dvoutečné na list. Po třech dnech byli spočtení dospělí jedinci svilušky a vypočetla se úmrtnost. Výsledky jsou uvedeny v tabulce I.

Testované sloučeniny jsou identifikovány níže. Zatímco sloučeniny podle vynálezu jsou v tabulce označeny čísly, kontrolní sloučeniny jsou označeny písmeny.

Jak je patrné z tabulky I, asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny podle vynálezu jsou překvapivě účinnější, pokud se použijí pro reziduální kontrolu svilušek chmelových dvoutečných, než odpovídající symetrické analogy, což je neočekávané zejména proto, že se na rostliny na počátku aplikovaly biologicky ekvivalentní účinné dávky pro akutní kontrolu.

Tabulka I

Reziduální aktivita pyrimidinů

Sloučenina	Dávka 2X-LC ₉₉ (mg/l)	% úmrtnosti svlušky chmelové dvoutečné (<i>Tetranychus urticae</i>) 0, 3 a 7 dnů po ošetření		
		0	3	7
Sloučenina podle vynálezu 1	7	100	99	99
Sloučenina podle vynálezu 2	10	100	96	97
Symetrická sloučenina A	8	100	80	25
Symetrická sloučenina B	6	100	49	nebylo hodnoceno

5

Příklad 2

Hodnocení reziduální aktivity proti roztočům

10

Reziduální hodnota několika býložravých druhů roztočů se hodnotila na třech typech ovoce a citrusu na poli tak, že se na listoví rostlin aplikovala vodná směs, obsahující 5 g/hl nebo 15 g/hl testované sloučeniny pomocí ručně ovládané výpusti, při rozstřikovacím objemu přibližně 100 l/ha až 2000 l/ha (tj. aplikovaly se do vytékající vody). Vodná směs se připravila přidáním vhodného množství emulgovatelného koncentráту testované sloučeniny do vody. Při tomto hodnocení emulgovatelný koncentrát obsahoval 9,7 % hmotn./hmotn. testované sloučeniny, 3,5 % hmotn./hmotn. aniontové a neiontové detergenční směsi TOXIMUL 3403F (od společnosti Stepan Company, Northfield, Illinois), 3,5 % hmotn./hmotn. aniontové a neiontové detergenční směsi TOXIMUL 3404f (od společnosti Stepan Company, Northfield, Illinois) a 83,3 % hmotn./-hmotn. aromatického uhlovodíkového rozpouštědla AROMATIC 200 (od společnosti EXXON Chemicals Americas, Houston, Texas).

15

20

Po aplikaci se u rostlin přibližně v týdenních intervalech kontrolovala přítomnost živých roztočů. Reziduální aktivita testovaných sloučenin se následně vyhodnotila porovnáním počtu roztočů na ošetřovaných rostlinách s počtem roztočů na neošetřovaných rostlinách. Výsledky jsou shrnuty v níže uvedených tabulkách II až VI. Označení sloučenin v těchto tabulkách je stejné jako v příkladu 1.

25

Jak je patrné z údajů v tabulkách II až VI, asymetrická 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinová sloučenina podle vynálezu 4-[(4-chlor- α,α,α -trifluor-*m*-tolyl)oxy]-6-[(α,α,α -4-tetrafluor-*m*-tytol)oxy]-pyrimidin poskytuje podstatně vyšší úroveň reziduální kontroly roztočů (*Brevipalpus phoenicis*, *Panonychus citri* a *Panonychus ulmi*) než symetrický pyrimidinový analog 4,6-bis[(α,α,α -4-tetrafluor-*m*-tytol)oxy]pyrimidin.

30

35

Tabulka II

Hodnocení polních aplikací pyrimidinu proti roztoči *Brevipalpus phoenicis* na pomeranči – hodnocení 1

5

Ošetření	Dávka (g/hl)	Procentická kontrola roztoče 7, 28, 50 a 63 dnů po ošetření			
		7	28	50	63
Sloučenina podle vynálezu 1	15	94	100	90	100
	5	100	100	93	88
Symetrická sloučenina A	15	97	100	93	88
	5	94	100	69	68

Tabulka III

10 Hodnocení polních aplikací pyrimidinů proti roztoči *Brevipalpus phoenicis* na pomeranči – hodnocení 2

Ošetření	Dávka (g/hl)	Procentická kontrola roztoče 7, 30, 70, 90 a 120 dnů po ošetření				
		7	30	70	90	120
Sloučenina podle vynálezu 1	15	100	98	98	94	99
	5	100	94	96	91	79
Symetrická sloučenina A	15	100	94	98	58	63
	5	100	95	89	58	64

15 Tabulka IV

Hodnocení polních aplikací pyrimidinů proti roztoči *Brevipalpus phoenicis* na pomeranči – hodnocení 3

Ošetření	Dávka (g/hl)	Procentická kontrola roztoče 7, 35, 60, 90 a 124 dnů po ošetření				
		7	35	60	90	124
Sloučenina podle vynálezu 1	15	89	100	100	100	98
	5	95	100	98	98	80
Symetrická sloučenina A	15	97	100	100	98	71
	5	96	94	95	72	0

20

Tabulka V

Hodnocení polních aplikací pyrimidinů proti roztoči *Panonychus citri* na pomeranči

Ošetření	Dávka (g/hl)	Procentická kontrola roztoče 7, 21 a 30 dnů po ošetření		
		7	21	30
Sloučenina podle vynálezu 1	15	99	97	94
Symetrická sloučenina A	15	88	85	69

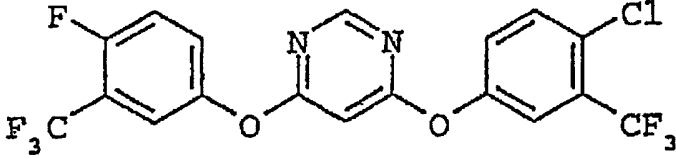
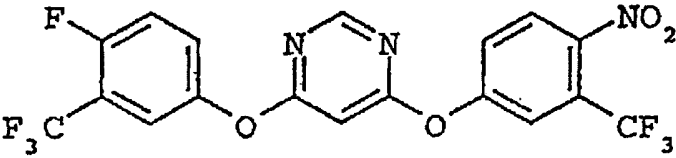
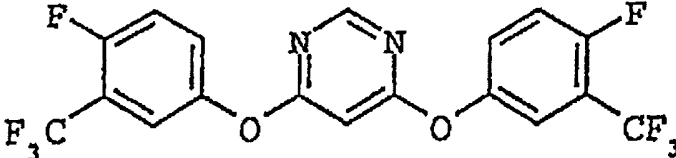
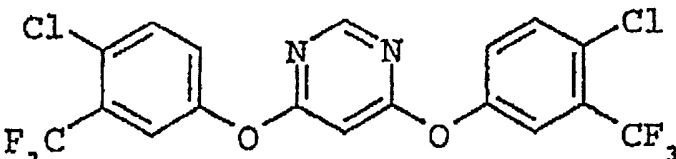
5

Tabulka VI

Hodnocení polních aplikací pyrimidinů proti roztoči *Panonychus ulmi* na jablku

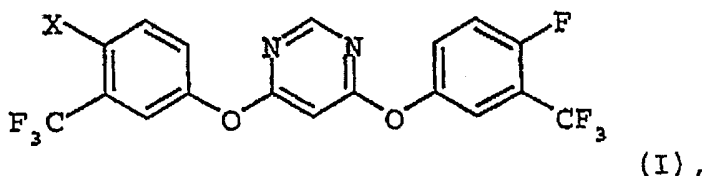
10

Ošetření	Dávka (g/hl)	Procentická kontrola roztoče 2, 14 21, a 36 dnů po ošetření			
		2	14	21	36
Sloučenina podle vynálezu 1	15	97	99	97	94
	5	77	92	94	64
Symetrická sloučenina A	15	90	93	96	78
	5	77	70	86	28

Sloučenina	Strukturní vzorec		Chemický název
Sloučenina podle vynálezu 1			4-[(4-chlor-α,α,α-tri-fluor- <i>m</i> -tolyl)oxy]-6-[(α,α,α,4-tetrafluor- <i>m</i> -tytol)-oxy]pyrimidin
Sloučenina podle vynálezu 2			4-[(α,α,α,4-tetrafluor- <i>m</i> -tolyl)oxy]-6-[(α,α,α-tri-fluor-4-nitro- <i>m</i> -tytol)-oxy]pyrimidin
Symetrická sloučenina 1			4,6-bis4-[(4-α,α,α-tetra-fluor- <i>m</i> -tolyl)oxy]-pyrimidin
Symetrická sloučenina 2			4,6-bis[(4-chlor-α,α,α-tri-fluor- <i>m</i> -tolyl)oxy]-pyrimidin

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů neboli prodloužení ochrany rostlin před napadením roztoči, **v y z n a ě n ý t í m**, že se na listové rostliny náchylné na napadení roztoči aplikuje proti roztočům účinné množství asymetrické 4,6-bis(aryloxy)pyrimidinové sloučeniny obecného strukturního vzorce I



ve kterém X znamená atom chloru, nitroskupinu nebo kyanoskupinu.

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se jako asymetrická 4,6-bis(aryloxy)-pyrimidinová sloučenina obecného strukturního vzorce I použije 4-[(4-chlor- α,α,α -trifluor-*m*-tolyl)oxy]-6-[(α,α,α -4-tetrafluor-*m*-tytol)oxy]pyrimidin.

3. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že rostlina je vybrána ze skupiny zahrnující citrus, malvici, peckovinu, plazivou nebo popínavou rostlinu, ořech, polní plodinu, okrasnou rostlinu, kávu a čaj.

4. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že rostlinou je sadová nebo okrasná rostlina a sloučenina se aplikuje na listové rostliny v dávce přibližně 1 g/hl až 100 g/hl.

5. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že rostlinou je polní plodina a sloučenina se aplikuje na listové rostliny v dávce přibližně 0,01 kg/ha až 1,0 kg/ha.

6. Způsob zlepšení reziduální kontroly roztočů podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že roztoči jsou vybráni ze skupiny zahrnující *Tetranychus urticae*, *Panonychus ulmi*, *Panonychus citri* a *Brevipalpus phoenicis*.

Konec dokumentu
