

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

212720
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
A 01 N 43/82



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 11 07 80
(21) (PV 4951-80)
(32) (31) (33) Právo přednosti od 13 07 79
(6554/79) Švýcarsko
(40) Zveřejněno 31 07 81
(45) Vydáno 15 07 84

(72) Autor vynálezu PISSIOTAS GEORG dr., LÖRRACH (NSR), ROHR OTTO dr., THERWIL, KRISTINSSON HAUKUR dr., BOTTMINGEN (Švýcarsko)
(73) Majitel patentu CIBA-GEIGY AG, BASILEJ (Švýcarsko)

(54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinné složky

1

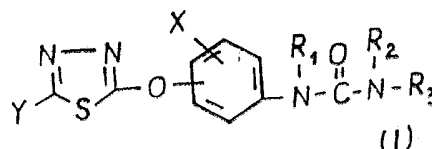
Vynález se týká herbicidního prostředku, který obsahuje jako účinnou složku nové deriváty 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočoviny. Dále se vynálezu týká způsobu výroby těchto nových 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočov. Účinné látky podle tohoto vynálezu, resp. prostředky, které je obsahují, jsou vhodné k selektivnímu potírání plevelů v různých kulturách, jako jsou například obiloviny, kukuřice, růže, bavlník, cukrová řepa a sója.

Herbicidně účinné fenylmočoviny jsou již dávno známy a zavedené. Jejich rozšířením bylo možno zbavit kulturní rostliny, jako například obiloviny, na straně jedné značnou měrou plevela, na druhé straně však docházelo k proliferaci plevelů, které se vůči takovýmto herbicidům staly rezistentními.

Pomocí prostředků podle vynálezu se na straně jedné mají potírat i dosud ještě rezistentní druhy plevelů, na straně druhé se pak mohou chránit kulturní rostliny, jako například sója, které nebyly dosud rezistentní vůči fyto toxicitě většiny známých herbicidů.

Nové 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočoviny odpovídají obecnému vzorci I,

2



v němž znamená

X vodík nebo chlor,

Y vodík, alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, která je popřípadě substituována halogenem; cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 atomy uhlíku; fenylovou skupinu, která je popřípadě substituována halogenem nebo alkylovou skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku;

R₁ vodík nebo methylovou skupinu;

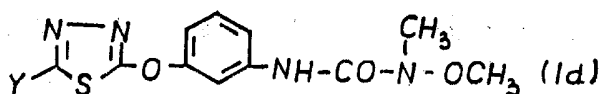
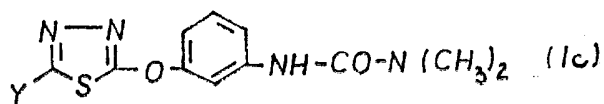
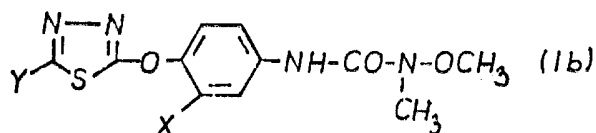
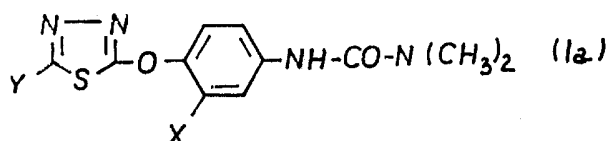
R₂ vodík nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku;

R₃ alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku.

Alkylové zbytky definované ve významu symbolů Y, R₂ a R₃ mohou mít řetězec jak přímý, tak i rozvětvený. Jako zbytky Y přicházejí v úvahu hlavně: vodík, methyl, e-

thyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, sek.butyl, isobutyl, terc.butyl, amyl, isoamyl, neopentyl, n-hexyl, jako i 2-hexyl, trifluormethyl, trichlormethyl, cyklopropyl, cyklobutyl, cyklopentyl, cyklohexyl. Jako zbytek R_1 je výhodný vodík nebo methyl, jako zbytky R_2 a R_3 jsou výhodné methyl a methoxy skupina.

Sloučeniny vzorce I, mající vysloveně selektivní herbicidní vlastnosti, se obecně ukázaly jako zvláště výhodné k potírání plevelů v kulturách užitkových rostlin, zejména v kulturách sóji, bavlníku, obilovin, kukuřice a cukrové řepy.



V těchto vzorcích mají symboly X a Y shora uvedený význam. Zvláště příznivě působí ty sloučeniny, ve kterých Y znamená skupinu trifluormethylovou, isopropylovou, isobutylovou, sek.butylovou, terc.butylovou, isoamylovou, cyklopropylovou, jakož i sloučeniny, ve kterých znamená X chlor a Y terc.butylovou skupinu.

Prostředky podle vynálezu obsahují kromě účinné látky vzorce I vhodnou nosnou látku nebo/a další přísady. Vhodné nosné látky a přísady mohou být pevné nebo kapalné a odpovídají látkám, které se obvykle používají při přípravě takovýchto prostředků, jako jsou například přírodní nebo regenerované minerální látky, rozpouštědla, ředidla, dispergátory, emulgátory, smáčedla, adheziva, zahušťovadla, pojiva nebo/a hnojiva.

Za účelem použití v herbicidních prostředcích je možné sloučeninu vzorce I zpracovávat ve formě popraše, emulzního koncentrátu, granulátu, disperze nebo také ve formě roztoku nebo suspenze na obvyklé prostředky.

Sloučeniny vzorce I se v půdě rozkládají po relativně krátké době na rozkladné produkty bohaté na dusík, které přispívají k výživě rostlin.

K rozšíření účinnostního spektra nebo k dosažení žádaného synergického nebo ta-

Při dostatečně vysokém množství mají však tyto sloučeniny také totální herbicidní účinek. Aplikaci lze provádět jak preemergentně, tak i postemergentně. Přitom mohou aplikovaná množství kolísat v širokých mezích, například mezi 0,1 až 10 kg účinné látky na 1 ha, výhodně však mezi 0,5 až 5 kg účinné látky na 1 ha.

Nejlepšího účinku bylo dosaženo u sloučenin, které odpovídají následujícím strukturním skupinám:

ké antagonistického efektu se mohou tyto sloučeniny používat také společně se známými herbicidy, pesticidy nebo fungicidy. Jako složky vhodné pro takoveto kombinace přicházejí v úvahu například herbicidně účinné sloučeniny následujícího typu:

fenoxyalifatické kyseliny, substituované močoviny, triaziny, fenoly, nitrily, deriváty bipyridinu, substituované benzoové kyseliny, halogenované alifatické kyseliny, karbamáty, thiokarbamáty, chloracetamidy, diaziny, benzofuran nebo herbicidy na bázi arsenu.

Fenoxyalifatické kyseliny sestávají obecně z alkyl- nebo/a halogen-substituovaných fenoxyalifatických kyselin a jejich solí, například s alkalickými kovy, aminy nebo alkanolaminy, dále s jejich funkčními deriváty, jako jsou například estery a amidy. Tyto sloučeniny mohou mít účinnost, jaká je vlastní komerčním produktům, nebo mohou mít také jen nepatrný herbicidní účinek.

Jako příklady takovýchto substituovaných fenoxyalifatických kyselin lze uvést:

2,4-dichlorfenoxyoctovou kyselinu,
2-(2,4-dichlorfenoxy)propionovou kyselinu,
2-methyl-4-chlorfenoxyoctovou kyselinu,
2,4,5-trichlorfenoxyoctovou kyselinu,

γ -2,4-dichlorfenoxymáseľnou kyselinu,
 γ -2-methyl-4-chlorfenoxypionovou kyselinu,
 2-[4-(2,4-dichlorfenoxy)fenoxy]propionovou kyselinu a
 2-[4-(4-chlorfenoxy)fenoxy]propionovou kyselinu.

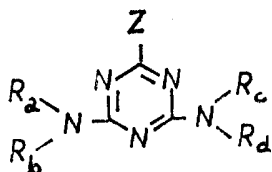
Substituované močoviny zahrnují tri- a tetrasubstituované močoviny, jako například

N'-(3-chlor-4-methoxyfenyl)-N,N-dimethylmočovinu,
 N'-(3-chlor-4-methylfenyl)-N,N-dimethylmočovinu,
 N'-(p-chlorfenyl)-N,N-dimethylmočovinu,
 N-butyl-N'-(3,3-dichlorfenyl)-N-methylmočovinu,
 N'-p-chlorfenyl-O,N,N-trimethylisomočovinu,
 N'-p-chlorfenyl-N-methoxy-N-methylmočovinu,
 N,N-dimethyl-N'-fenylmočovinu,
 3-(4'-bromfenyl)-1-methoxy-1-methylmočovinu,
 1-(2'-benzothiazolyl)-3-methylmočovinu,
 N,N-dimethyl-N'-[4-(1-methylethyl)fenyl]močovinu,
 N'-(3,4-dichlorfenyl)-N-methoxy-N-methylmočovinu,
 N,N-dimethyl-N'-[3-(trifluormethyl)fenyl]močovinu,
 N'-(3,4-dichlorfenyl)-N,N-dimethylmočovinu,

nebo

N'-[3-(1',1',2',2'-tetrafluorethoxy)fenyl]-N,N-dimethylmočovinu.

Herbicidey na bázi triazinu zahrnují výhodně 2-chlor-4-(1-kyan-methylamino)-6-ethylamin-1,3,5-triazin nebo také sloučeninu obecného vzorce



v němž

Z znamená atom halogenu, alkoxy skupinu nebo alkylthioskupinu,

R_a a R_c jsou stejné nebo rozdílné a znamenají vodík nebo alkylovou skupinu a

R_b a R_d znamenají stejné nebo rozdílné alkylové skupiny, jako je například 2-chlor-4,6-bis-ethylamino-1,3,5-triazin, 2-chlor-4-ethylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazin nebo 2,4-bis-(isopropylamino)-6-methylthio-1,3,5-triazin.

Herbicidey na bázi fenolu zahrnují například

klad 4,6-dinitro-o-kresol, 4,6-dinitro-2-sek.-butylfenol nebo pentachlorfenol.

Herbicidey na bázi nitrilů zahrnují obecně

3,5-dijod-4-hydroxybenzonitril,
 3,5-dibrom-4-hydroxybenzonitril nebo
 2,6-dichlorbenzonitril.

Herbicidey na bázi derivátů bipyridinu zahrnují například

1,1'-dimethyl-4,4'-bipyridiniumdichlorid
 nebo
 1,1-ethylen-2,2'-bipyridiniumdibromid.

Herbicidey na bázi substituované benzoové kyseliny zahrnují například

2,3,6-trichlorbenzoovou kyselinu,
 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoovou kyselinu
 nebo

N-(1,1-dimethylpropinyl)-3,5-dichlorbenzamid.

Jako herbicidně účinné alifatické kyseliny lze uvést

trichloroctovou kyselinu nebo
 2,2-dichlorpropionovou kyselinu.

Karbamáty s herbicidním účinkem zahrnují obecně

isopropylester N-(3-chlorfenyl)karbamové kyseliny,

4'-chlorbut-2'-inylester N-(3-chlorfenyl)karbamové kyseliny,

methylester 3-(m-tolylkarbamoyloxy)fenylkarbamové kyseliny,

isopropylester N-(3-N-ethyl-N-fenylkarbamoyl)fenylkarbamové kyseliny nebo

D-N-ethyl-2-(fenylkarbamoyl)propionamid.

Jako herbicidně účinné thiokarbamáty lze uvést

S-ethyl-N,N-dipropylthiokarbamát,

S-alkyl-N,N-diisobutylthiokarbamát,

S-(2,3-dichlorallyl)-N,N-diisopropylthiokarbamát,

S-ethyl-N-ethyl-N-cyklohexylthiokarbamát,

S-propylbutylethylthiokarbamát nebo

S-(2,3,3-trichlorallyl)-N,N-diisopropylthiokarbamát.

Jako herbicidní účinné chloracetamidy lze uvést

N,N-dichlordiallylacetylamid,

N-isopropyl-2-chloracetanilid,

ethylester-N-chloracetyl-N-(2,6-diethylfenyl)glycinu,

N-(2,6-diethylfenyl)-N-(2-methoxyfenyl)-N-methoxy-1-methylethyl-2-chloracetamid nebo

isopropylester N-chloracetyl-N-(2-methyl-6-ethylfenyl)glycinu.

Herbicidey na bázi diazinu zahrnují obecně

S-brom-6-methyl-3-sek.butyluracil,

3-cyklohexyl-5,6-trimethylenuracil,

5-amino-4-chlor-2-fenyl-3-pyridazinon nebo
 1,2-dihydropyridazin-3,6-dion.

Herbicidey na bázi benzofuranu jsou představovány například „Ethofumesat“-em nebo 2,3-dihydro-3,3-dimethylbenzofuran-5-ylethansulfonátem.

Herbicidey obsahující arsen zahrnují pře-

devším soli, například mono- nebo di-sodné soli methanarseničné kyseliny nebo kodylové kyseliny.

Dalšími herbicidy, které se mohou používat společně s 1,3,4-thiadiazolylfenylmočoviny vzorce I jsou:

1,2-dimethyl-3,5-difenylpyrazoliový iont, ethylester N-benzoyl-N-(3,4-dichlorfenyl)-alaninu, N-isobutyl-2-oxo-1-imidazolidinkarboxamid, aminotriazol-2,3-dichlor-1,4-naftochinon, 4-amino-3,5,6-trichlorpikolinová kyselina, N,N-dimethyl-2,2-difenylacetamid, 2,6-dinitro-N,N-dipropyl-4-trifluormethylanilin, N-butyl-N-ethyl-2,6-dinitro-4-trifluormethylanilin, S,S,S-tributylfosfortrithioáty, 2-ethoxy-2,3-dihydro-3,3-dimethyl-5-benzofuranylmethylsulfonát, 4-chlor-2-oxobenzothiazolin-3-yloctová kyselina, 3-isopropyl-2,1,3-benzothiadiazin-4-on-2,2-dioxid, 3,5-dibrom-4-hydroxybenzaldehyd, 2,4-dinitrofenyloxim, methylester 2-chlor-3-(4-chlorfenyl)propionové kyseliny, 2-chlorethyltrimethylamoniumchlorid, 4-methylsulfonyloxy-2-butyryl-m-chlorkarbanilát, methylester 2-(N-benzoyl-3-chlor-4-fluoranilino)propionové kyseliny, 2-chlor-N-(1,3-dioxolan-2-ylmethyl)-2',6'-dimethylacetanilid, 2-chlor-1-(3-ethoxy-4-nitrofenyloxy-4-trifluormethylbenzen, methylester 2-[4-(2',4'-dichlorfenyloxy)fenyloxy]propionové kyseliny, 1,1,1-trifluor-2'-methyl-4'-(fenylsulfonyl)-methansulfonanilid, 4-chlor-5-methylamino-2-(3-trifluormethylfenyl)-3(2H)-pyridazinon, S-(2-chlor-4-trifluormethylfenyloxy)-2-nitrobenzoová kyselina, 1-methyl-3-fenyl-S-(3-trifluormethylfenyl)-4-pyridon, 4-(methylsulfonyl)-2,6-dinitro-N,N-dipropylanilin, 4-(2,4-dichlorfenyloxy)-2-methoxy-1-nitrobenzen, N-(ethoxypropyl)-3,5-dimethyl-2,6-dinitroanilin, 2',4'-dimethyl-5'-(trifluormethansulfonamid)acetanilid, dimethyl-2,3,5,6-tetrachlortereftalát, N-cyklopropylmethyl-2,6-dinitro-N-propyl-4-trifluormethylanilin, N-(2-chlorethyl)-2,6-dinitro-N-propyl-4-trifluormethylanilin, N',N'-diethyl-2,6-dinitro-4-trifluormethyl-m-fenylendiamin, N-sek.butyl-4-terc.butyl-2,6-dinitroanilin, 2-(3,4-dichlorfenyl)-4-methyl-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-dion,

4-(dipropylamino)-3,5-dinitrobenzensulfonamid,

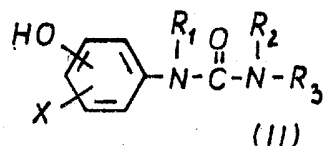
1-(3-trifluormethylfenyl)-5,5-dimethyl-4-methoxykarbonylcyklohexan-1,3-dion, 2-(N-ethoxybutyrimidoyl)-5-(2-ethylthiopropyl)-3-hydroxy-2-cyklohexen-1-on nebo 2-[1-(2,5-dimethylfenyl)jethylsulfonylpyridin-N-oxid.

Sloučeniny vzorce I se mohou používat také společně s herbicidně antagonisticky účinnou látkou, (která má schopnost zlepšovat snášitelnost herbicidu kulturní rostlinou vůči určitému herbicidu), například s N,N-diallyldichloracetamidem, 4'-chlor-2-(hydroxyimino)acetanilidem, anhydridem 1,8-dinaftoové kyseliny, nitrilem α -(kyanmethoxyimino)benzoové kyseliny nebo s oxazolidinem 2,2-dimethyl-3-dichloroctové kyseliny.

Antagonistická látka se může používat společně s účinnou látkou vzorce I. Je však také výhodné používat antagonistickou látku odděleně, například jako mořidla osiva kulturní rostliny. Hmotnostní poměr herbicidu k antagonisticky účinné látce se může pohybovat v mezích 10 : 1 až 1 : 4.

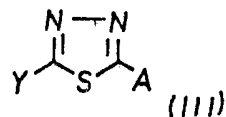
Výroba sloučenin vzorce I se provádí podle o sobě známých metod.

Podle vynálezu se 1,3,4-thiadiazolylfenylmočoviny vzorce I vyrábějí tím, že se v organickém rozpouštědle, které je inertní vůči reakčním složkám, v přítomnosti báze v množství vázícím kyselinu, nechá reagovat hydroxyfenylmočovina obecného vzorce II,



v němž

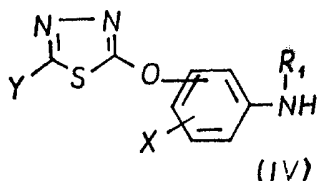
X, R₁, R₂ a R₃ mají význam uvedený pod vzorcem I, s 2-halogen-1,3,4-thiadiazolylderivátem obecného vzorce III,



v němž

Y má význam uvedený pod vzorcem Ia a A znamená halogen, při teplotě 0 až 150 stupňů Celsia.

Podle dalšího postupu se 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočoviny vzorce I vyrábějí tak, že se nechá reagovat 1,3,4-thiadiazolyloxyanilin obecného vzorce IV,



v němž

Y a R_1 mají význam uvedený pod vzorcem I, v organickém rozpouštědle, které je inertní vůči reakčním složkám, v přítomnosti báze v množství vážícím kyselinu, s halogenidem karbamové kyseliny obecného vzorce V,

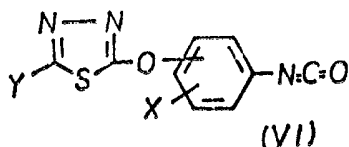


v němž

Hal znamená halogen a

R_2 a R_3 mají významy uvedené pod vzorcem I.

1,3,4-Thiadiazolyloxyfenylmočoviny obecného vzorce I, v němž R_1 znamená vodík, se mohou vyrábět také tak, že se 1,3,4-thiadiazolyloxyanilin obecného vzorce IV, v němž R_1 znamená vodík, přemění působením fosgenu na 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylisokyanát obecného vzorce VI,



v němž

X a Y mají význam uvedený pod vzorcem I, a ten se nechá reagovat v organickém rozpouštědle, které je inertní vůči reakčním složkám, s aminem obecného vzorce VII,



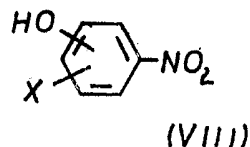
v němž

R_2 a R_3 mají význam uvedený pod vzorcem I.

Výchozí látky vzorců II a III jsou známé a zčásti jsou k dostání na trhu; totéž pla-

tí pro aminy a karbamoylhalogenid vzorců V a VII.

Anilin vzorce IV se vyrábí kondenzací nitrofenolu obecného vzorce VIII,



v němž

X má význam uvedený pod vzorcem I, s 2-halogen-1,3,4-thiadiazolylderivátem vzorce III a následující redukcí nitroskupiny na amin. Takto získaný anilin se ještě popřípadě alkyluje alkyl(mono)halogenidem, kde alkyl obsahuje 1 až 4 atomy uhlíku.

Tyto reakce se provádějí v organických rozpouštědlech, která jsou inertní vůči reakčním složkám, jako v ketonech, vyševroucích alkanolech, esterech, dimethylformamidu, dimethylsulfoxidu, dioxanu atd. Je výhodné, když jsou tato rozpouštědla mísitelná s vodou, vzhledem k tomu, že se reakční produkt dá vysrážet přidáním vody.

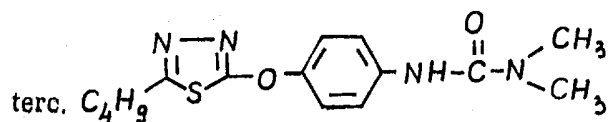
Reakční teplota činí 0 až 150 °C, většinou se pohybuje mezi teplotou místnosti a teplotou varu reakční směsi. Tyto reakce se obvykle provádějí za atmosférického tlaku. Při výrobě větších množství se však doporučují tlakové nádoby a vyšší tlaky.

Sloučeniny vzorce I jsou pro teplokrevné málo jedovaté a manipulace s nimi nevyžaduje žádných bezpečnostních opatření. Tyto sloučeniny jsou v obvyklých organických rozpouštědlech relativně dobře rozpustné a ve vodě jsou špatně rozpustné. Mohou se snadno vysrážet přidáním vody k reakčnímu roztoku. Jejich převedení na kapalné herbicidní prostředky se daří jen pomocí zvláštních pomocných rozpouštědel nebo/a dispergátorů.

Následující příklad blíže objasňuje výrobu fenylmočoviny vzorce I podle vynálezu. Další sloučeniny vyrobené analogickým způsobem jsou uvedeny v následujících tabulkách. Teploty jsou udávány ve stupních Celsia, díly a údaje v % se vztahují na hmotnost. Teploty varu jsou udávány ve stupních Celsia, a pokud nebyly měřeny za atmosférického tlaku, jsou udávány s údajem naměřeného tlaku v Pa.

Příklad

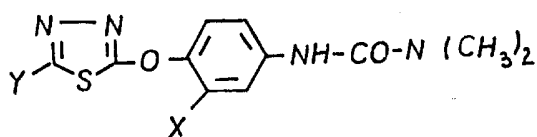
N-[4-(5'-terc.butyl-1',3',4'-thiadiazolyl)-2'-oxy]fenyl]-N',N'-dimethylmočovina

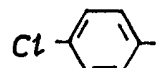
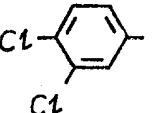


Směs 9 g N-(p-hydroxyfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny, 3,3 g práškovitého hydroxidu draselného a 60 ml dimethylsulfoxidu se zahřívá 1/2 hodiny na teplotu 50 °C. Po ochlazení na teplotu místnosti se za míchání přikape 8,9 g 2-chlor-5-terc.butyl-1,3,4-thiadiazolu. Po dvouhodinovém míchání při 70 °C se reakční směs vylíje na

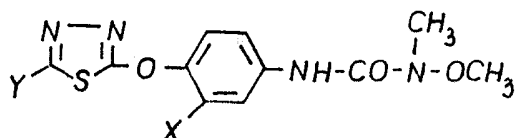
směs ledu a vody, vyloučený reakční produkt se odfiltruje, promyje se vodou a vysuší se ve vakuu. Tak se získá 14 g shora uvedeně močoviny o teplotě tání 138 až 140 °C.

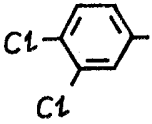
Analogickým postupem jako ve shora uvedeném příkladu byly vyrobeny následující sloučeniny:

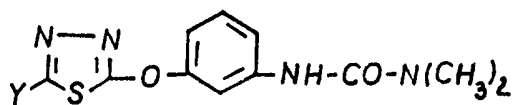


číslo	X	Y	fyzikální data
1.01	H	C(CH ₃) ₃	t. t. 138—140°
1.02	H	CF ₃	t. t. 138—140°
1.03	H	CH ₃	t. t. 118°
1.04	H	C ₂ H ₅	
1.05	H	CH(CH ₃) ₂	t. t. 89—91°
1.06	H	C ₃ H ₇ n	
1.07	H	C ₄ H ₉ N	t. t. 73 až 74°
1.08	H	CH ₂ CH(CH ₃) ₂	
1.09	H	CH(C ₂ H ₅) ₂	
1.10	H	CH(CH ₃)C ₂ H ₅	
1.11	H	CCl ₃	
1.12	H		t. t. 158°
1.13	H		
1.14	H		
1.15	H		
1.16	H		t. t. 201 až 202°
1.17	H		t. t. 213 až 215°
1.18	H		
1.19	Cl	CF ₃	t. t. 158 až 159°
1.20	Cl	CH ₃	

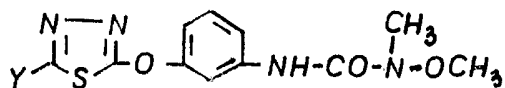
číslo	X	Y	fyzikální data
1.21	Cl		t. t. 116°
1.22	Cl	$C(CH_3)_3$	
1.23	Cl		
1.24	Cl		



číslo	X	Y	fyzikální data
2.01	H	CF_3	t. t. 89 až 90°
2.02	H	CH_3	t. t. 103 až 105°
2.03	H		n_D^{29} 1,5922
2.04	H	$CH(CH_3)_2$	n_D^{30} : 1,5820
2.05	H	$C(CH_3)_3$	t. t. 95 až 96°
2.06	H		t. t. 213 až 215°
2.07	H		t. t. 178 až 179°
2.08	H	$CH(C_2H_5)_2$	t. t. 78 až 79°
2.09	H	C_4H_9n	
2.10	H	CCl_3	
2.11	H		
2.12	H		
2.13	H	CH_2CF_3	
2.14	H	$CH(CH_3)C_2H_5$	
2.15	Cl		
2.16	Cl	CH_3	t. t. 91 až 93°
2.17	Cl	$CH(CH_3)_2$	
2.18	Cl	$C(CH_3)_3$	
2.19	Cl	$CH(C_2H_5)_2$	
2.20	Cl	$CH(CH_3)C_2H_5$	
2.21	Cl	CF_3	
2.22	Cl	CCl_3	
2.23	Cl	$C(CH_3)_2CN$	



číslo	Y	fyzikální data
3.01	CF ₃	t. t. 161 až 162°
3.02	CH ₃	t. t. 105 až 107°
3.03		n _D ³⁰ = 1,5956
3.04	C(CH ₃) ₃	t. t. 95 až 96°
3.05	CH(CH ₃) ₂	n _D ²⁹ = 1,5830
3.06		t. t. 160 až 161°
3.07		
3.08	C ₄ H ₉ n	t. t. 95 až 96 °
3.09	CH(C ₂ H ₅) ₂	
3.10	CH(CH ₂)C ₂ H ₅	
3.11	CCl ₃	



číslo	Y	fyzikální data
4.01	CF ₃	t. t. 118 až 119°
4.02	CH ₃	t. t. 120 až 124°
4.03		n _D ³⁰ = 1,5830
4.04		
4.05	C(CH ₃) ₃	t. t. 124 až 126°
4.06	CH(CH ₃) ₂	n _D ³⁰ = 1,5800
4.07		t. t. 108 až 109°
4.08		t. t. 138 až 139°
4.09	C ₄ H ₉ n	t. t. 98 až 99°
4.10	CCl ₃	

Nové účinné látky vzorce I jsou stále sloučeniny, které jsou rozpustné v obvyklých organických rozpouštědlech, jako v alkoholech, etherech, ketonech, dimethylformamidu, dimethylsulfoxidu atd.

Prostředky podle vynálezu se vyrábějí o sobě známým způsobem důkladným smísením a rozemletím účinných látek obecného vzorce I s vhodnými nosnými látkami nebo/a dispergátory, popřípadě za přídavku prostředků proti pění, smáčedel, dispergátorů nebo/a rozpouštědel inertních vůči účinným látkám. Účinné látky se mohou používat v následujících formách zpracování:

Pevné formy zpracování:

popraše, posypy, granuláty, obalované granuláty, impregnované granuláty a homogenní granuláty;

Ve vodě dispergovatelné koncentráty účinné látky:

smáčitelné prášky, pasty, emulze, emulzní koncentráty;

Kapalné formy zpracování:

roztoky.

Koncentrace účinné látky činí v prostředcích podle vynálezu 1 až 80 % hmotnostních a při aplikaci se mohou popřípadě používat také v nižších koncentracích jako asi 0,05 až 1 %.

K popsáním prostředkům podle vynálezu se dají přimíchávat další biocidně účinné látky nebo prostředky. Tak mohou nové prostředky kromě uvedených sloučenin obecného vzorce I obsahovat například insekticidy, fungicidy, baktericidy, fungistatika, bakteriostatika, nematocidy nebo další herbicidy za účelem rozšíření účinnostního spektra.

Smáčitelný prášek:

Za účelem výroby a) 70% a b) 10% smáčitelného prášku se použije následujících složek:

- a) 70 dílů účinné látky vzorce I,
5 dílů natriumbutylsulfonátu,
3 dílů kondenzačního produktu naftalensulfonových kyselin, fenolsulfonových kyselin a formaldehydu 3 : 2 : 1,
10 dílů kaolinu,
12 dílů křídly (prov. Champagne);
- b) 10 dílů účinné látky vzorce I,
3 dílů směsi sodných solí sulfatovaných nasycených mastných alkoholů,
5 dílů kondenzačního produktu naftalensulfonových kyselin a formaldehydu,
82 dílů kaolinu.

Uvedená účinná látka se nanese na odpovídající nosné látky (kaolin a křídlo) a potom se vše smísí a rozemele s ostatními složkami směsi. Získá se smáčitelný prášek s výtečnou smáčitelností a suspendovatelností. Z takovýchto smáčitelných prášků

se mohou ředěním vodou získat suspenze obsahující 0,1 až 8 % účinné látky, které jsou vhodné k potírání plevelů v kulturních rostlinách.

Pasta:

K výrobě 45% pasty se použije následujících složek:

- 45 dílů účinné látky vzorce I,
5 dílů křemičitanu sodnohlinitého,
14 dílů cetylpolglykoletheru s 8 mol ethylenoxidu,
1 dílu oleylpolglykoletheru s 5 mol ethylenoxidu,
2 dílů vřetenového oleje,
10 dílů polyethylenglykolu,
23 dílů vody.

Účinná látka se důkladně smísí s přísadami ve vhodných zařízeních a směs se rozemele. Získá se pasta, ze které se ředěním vodou dají připravovat suspenze každé požadované koncentrace.

Emulzní koncentrát:

K výrobě 25% emulzního koncentrátu se vzájemně smísí

- 25 dílů účinné látky vzorce I,
10 dílů směsi nonylfenolpolyoxyethylenů nebo vápenaté soli dodecylbenzensulfonové kyseliny,
10 dílů cyklohexanonu a
55 dílů xylenu.

Tento koncentrát lze ředit vodou na emulze vhodných koncentrací, například 0,1 proc. Takovéto emulze jsou vhodné k potírání plevelů v kulturních rostlinách.

K důkazu upotřebitelnosti účinných látek podle vynálezu jako herbicidů (pre- a postemergentně) a k důkazu převahy nad známými účinnými látkami podobné struktury slouží následující testy.

Preemergentní herbicidní účinek (potlačení klíčení):

Ve skleníku se bezprostředně po zasetí pokusných rostlin do misek určených k setí ošetří povrch půdy vodnou disperzí účinných látek, která byla získána z 25% emulzního koncentrátu, resp. z 25% smáčitelného prášku s účinnými látkami, které se s ohledem na nedostatečnou rozpustnost nemohou zpracovávat na emulzní koncentrát. Bylo použito čtyř různých řad koncentrací, kter odpovídají 4, 2, 1 a 0,5 kg účinné látky na 1 ha. Misky se zasetými semeny rostlin se udržují ve skleníku při teplotě 22 až 25 °C a při relativní vlhkosti vzduchu 50 až 70 %. Pokus se vyhodnotí po 3 týdnech a výsledky se hodnotí podle následující stupnice:

- 1 = rostliny neklíčí nebo jsou úplně o-
dumřelé,
2—3 = velmi silný účinek,
4—6 = střední účinek,
7—8 = slabý účinek,
9 = žádný účinek (jako neošetřená kontro-
la).

Jako pokusné rostliny byly použity:

ječmen (*Hordeum*),
pšenice (*Triticum*),
kukuřice (*Zea*),
čirok (*Sorghum hybridum*),
rýže (*Oryza*),
sója (*Glycine*),
bér (*Setaria italica*),
ježatka kuří noha (*Echinochloa crus galli*),
řepa (*Beta vulgaris*),
Sida spinosa,
Sesbania exaltata,
laskavec ohnutý (*Amaranthus retrofle-
xus*),
bavlník (*Gossypium*),
hořčice bílá (*Sinapis alba*),
oves hluchý (*Avena fatua*),
povíjnice (*Ipomoea purpurea*),
jílek vytrvalý (*Lolium perenne*),
svízel přítula (*Galium aparine*),
psárka polní (*Alopecurus myosuroides*),
pastinák (*Pastanica sativa*),
sveřep (*Mromus tectorum*),
Rumex spec.,
šáchor (*Cyperus esculentus*),
kopretina (*Chrysanthemum leucum*),
Rottboellia exaltata,
Abutilon spec.,
rosička krvavá (*Digitaria sanguinalis*),
lílek černý (*Solanum nigrum*).

Testované sloučeniny vzorce I vykazují při aplikovaném množství 1 a 2 kg/ha výtečný účinek proti širokolistým plevelům a také proti většině travnatých plevelů, zatímco kulturní rostliny, jako kukuřice a zčásti také pšenice, čirok, rýže, sója a bavlník, zů-

stávají nepoškozeny nebo jsou poškozová-
ny jen nevýznamným způsobem.

Postemergentní herbicidní účinek (kon-
taktní herbicid):

Větší počet plevelů a kulturních rostlin,
a to jak jednoděložných, tak i dvoudělož-
ných, se po vzejití (ve stadiu 4 až 6 listů)
postříká vodnou disperzí v dávkách 0,5, 1,
2 a 4 kg účinné látky na 1 ha, přičemž se
postříká aplikuje na rostliny. Rostliny se po-
tom udržují při teplotě 24 až 26 °C a při
relativní vlhkosti vzduchu 45 až 60 %. Nej-
méně 15 dnů po ošetření se pokus vyhod-
notí a výsledek se hodnotí podle stejné
stupnice jako při preemergentním pokusu.

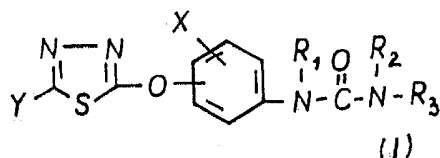
Také při tomto testu vykazují testované
sloučeniny výtečný účinek při 1 a 2 kg/ha
vůči jednoděložným plevelům a vůči větši-
ně travnatých plevelů, přičemž kulturní
rostliny rýže, obiloviny, jako ječmen, či-
rok a rýže, jakož i bavlník a sója zůstáva-
jí nepoškozeny nebo jsou poškozovány te-
prve za použití vyšších aplikovaných množ-
ství účinné látky.

Zbrzdění růstu u trav:

Do misek z plastické hmoty naplněných
směsí půdy, rašeliny a písku (6 : 3 : 1) se
zasejí semena trav jílek vytrvalého (*Lolium
perenne*), lipnice (*Poa pratensis*, kostřavy
(*Festuca ovina*) a *Dactylis glomerata* a za-
vlažují se normálním způsobem. Vzešlé trá-
vy se každý týden znovu zastříkují na výšku
4 cm a 40 dnů po zasetí a 1 den po posled-
ním sestřihnutí se postříkají vodnými sus-
penzemi účinné látky vzorce I. Množství
účinné látky činí po přepočtení 0,5 a 2,5 kg
aktivní látky na 1 ha. 10 a 21 dní po apli-
kaci se posoudí vzrůst trávy. Ve srovnání
s kontrolou způsobují testované sloučeniny
při aplikovaném množství 2,5 kg/ha prům-
ěrné zbrzdění růstu trav o 20 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek, vyznačující se
tím, že jako účinnou látku obsahuje ales-
poň jednu 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočो-
vinu obecného vzorce I,



v němž znamená

X vodík nebo chlor,

Y vodík, alkylovou skupinu s 1 až 6 ato-
my uhlíku, která je popřípadě substituová-
na halogenem;

cykloalkylovou skupinu se 3 až 6 atomy
uhlíku;

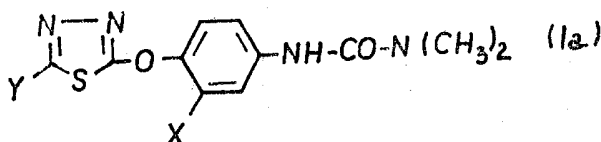
fenylovou skupinu, která je popřípadě sub-
stituována halogenem nebo alkylovou sku-
pinou s 1 až 4 atomy uhlíku;

R₁ vodík nebo methylovou skupinu;

R₂ vodík nebo alkylovou skupinu s 1 až
4 atomy uhlíku;

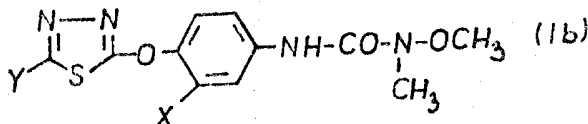
R₃ alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlí-
ku nebo alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy
uhlíku.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující
se tím, že jako účinnou látku obsahuje
alespoň jednu 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmoč-
ovinu obecného vzorce Ia,



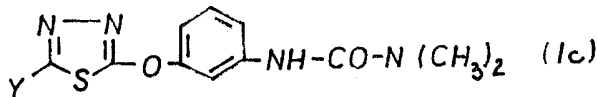
v němž

X a Y mají význam uvedený v bodě 1.
3. Prostředek podle bodu 1, vyznačující



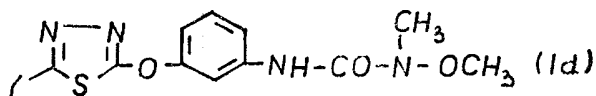
v němž

X a Y mají význam uvedený v bodě 1.
4. Prostředek podle bodu 1, vyznačující



v němž

Y má význam uvedený v bodě 1.
5. Prostředek podle bodu 1, vyznačující



v němž

Y má význam uvedený v bodě 1.
6. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje alespoň jednu 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočovinu obecného vzorce I, v němž zna-

ná
X vodík nebo chlor,
Y skupinu trifluormethylovou, isopropylovou, isobutylovou, sek.butylovou, terc.butylovou, isoamylovou, cyklopropylovou,

R₁ vodík,
R₂ methylovou skupinu a
R₃ methylovou skupinu nebo methoxyskupinu.

7. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[4-(2'-trifluormethyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmočovinu.

8. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje N-[3-(2'-trifluormethyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmočovinu.

9. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-chlor-4-(2'-trifluormethyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmočovinu.

10. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[4-(2'-trifluormethyl-1',3',4'-thiadiazolyl-

se tím, že jako účinnou látku obsahuje alespoň jednu 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočovinu obecného vzorce Ib,

se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočovinu obecného vzorce Ic,

se tím, že jako účinnou složku obsahuje alespoň jednu 1,3,4-thiadiazolyloxyfenylmočovinu obecného vzorce Id,

-5'-oxy)fenyl]-N'-methyl-N'-methoxymočovinu.

11. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-(2'-trifluormethyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N'-methyl-N'-methoxymočovinu.

12. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[4-(2'-terc.butyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmočovinu.

13. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-chlor-4-(2'-terc.butyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmočovinu.

14. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-chlor-4-(2'-terc.butyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N'-methyl-N'-methoxymočovinu.

15. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-(2'-terc.butyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmočovinu.

16. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-(2'-terc.butyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N'-methyl-N'-methoxymočovinu.

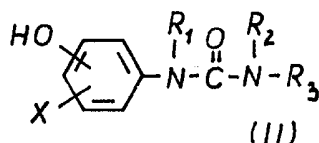
17. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[4-(2'-isopropyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmočovinu.

18. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[4-(2'-isopropyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N'-methyl-N'-methoxymocovinu.

19. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-(2'-isopropyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N',N'-dimethylmocovinu.

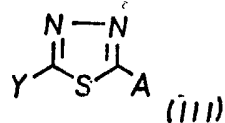
20. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje N-[3-(2'-isopropyl-1',3',4'-thiadiazolyl-5'-oxy)fenyl]-N'-methyl-N'-methoxymocovinu.

21. Způsob výroby účinné složky podle bodu 1, obecného vzorce I, vyznačující se tím, že se v organickém rozpouštědle, které je inertní vůči složkám reakční směsi, v přítomnosti báze v množství vázajícím kyselinu, nechá reagovat hydroxyfenylmocovina obecného vzorce II



v němž

X, R₁, R₂ a R₃ mají význam uvedený pod vzorcem I v bodě 1, s 2-halogen-1,3,4-thiadiazolylderivátem obecného vzorce III,



v němž

A znamená halogen a

Y má význam uvedený pod vzorcem I v bodě 1, při teplotě 0 až 150 °C.