



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

208185

(11) (B2)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
A 01 N 47/30

(22) Přihlášeno 03 09 76

(21) (PV 5739-76)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 20 07 76  
(30117/76) Velká Británie

(40) Zveřejněno 31 12 80

(45) Vydáno 15 04 84

(72)

Autor vynálezu

SECKINGER KARL dr., RIEGEL/BADEN a SANDMEIER RUDOLF dr.,  
BASILEJ (Švýcarsko)

(73)

Majitel patentu

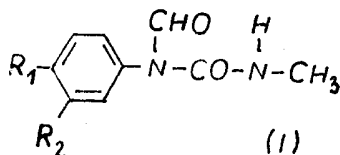
SANDOZ A. G., BASILEJ (Švýcarsko)

## (54) Herbicidní prostředek a způsob výroby účinných látek

1

Vynález se týká herbicidních prostředků k selektivnímu hubení plevelů v kulturách užitkových rostlin, obsahujících jako účinné látky deriváty fenylnmočoviny, způsobu výroby těchto účinných látek a způsobu jejich použití ke shora uvedenému účelu.

V soulase s tím je předmětem vynálezu herbicidní prostředek k selektivnímu hubení plevelů v kulturách užitkových rostlin, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I



ve kterém

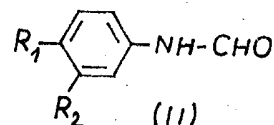
každý ze symbolů R<sub>1</sub> a R<sub>2</sub>, které mohou být stejné nebo rozdílné, znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, atom fluoru, chloru nebo bromu, s tím, že nejvýše jeden ze symbolů R<sub>1</sub> a R<sub>2</sub> znamená atom chloru nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a v případě, že R<sub>2</sub> představuje atom chloru, pak R<sub>1</sub> znamená methylovou skupinu,

2

v kombinaci s nosičem nebo ředidlem.

Sloučeniny shora uvedeného obecného vzorce I jsou nové a do rozsahu vynálezu spadá i způsob jejich výroby.

V soulase s vynálezem se shora popsané sloučeniny vyrábí tak, že se kondenzuje sloučenina obecného vzorce II



ve kterém

R<sub>1</sub> a R<sub>2</sub> mají shora uvedený význam, se sloučeninou vzorce III



při teplotě v rozmezí od 15 do 100 °C.

Shora uvedenou reakci je možno provádět například v organickém rozpouštědle jako v uhlovodíku, například v toluenu, s výhodou za bezvodých podmínek, při teplotě v rozmezí od 15 do 100 °C.

Sloučeniny obecného vzorce I vykazují široké spektrum herbicidní účinnosti jak proti jednoděložným, tak proti dvojděložným

plevelům, jako jsou například psárka (*Alopecurus* spp.), laskavec ohnutý (*Amaranthus retroflexus*), kokoška pastuší tobolka (*Capsella bursa pastoris*), merlík bílý (*Chenopodium album*), ptačinec žabinec (*Stellaria media*), starček obecný (*Senecio vulgaris*), ježatka kuří noha (*Echinochloa crus-galli*), lipnice roční (*Poa annua*), psineček výběžkatý (*Agrostis alba*), *Sida spinosa*, bér (*Setaria geniculata*), rosička krvavá (*Digitaria sanguinalis*), hulevník (*Sisymbrium irio*) a šáchor (*Cyperia rotunda*).

Navíc dávky sloučenin obecného vzorce I, potřebné k hubení plevelů, nezpůsobují žádné podstatné škody na kulturních rostlinách jako na obilninách, zejména na ječmeni a pšenici, zvláště na pšenici, dále na rži, kukuřici, cukrové třtině, bavlníku, luštěninách, podzemnici olejné, sóji, vojtěšce, cukrové třtině, mrkvi, bramborách a lnu.

Je třeba poznamenat, že některé sloučeniny obecného vzorce I vykazují určitou závislost svého selektivního účinku v pšenici na odrůdách pšenice. Citlivost libovolné odrůdy na tu kterou sloučeninu je ovšem možno snadno stanovit jednoduchými skleníkovými testy.

Množství příslušné sloučeniny podle vynálezu, které se má k shora zmíněným účelům aplikovat na pěstovanou užitkovou plodinu, pochopitelně závisí na příslušné plodině, na použité sloučenině, na způsobu aplikace, na okolních podmínkách a na druhu hubeného plevelu. Obecně se však dosahuje uspokojivých výsledků při aplikaci sloučenin podle vynálezu v dávkách od 0,5 do 5 kg/ha, s výhodou od 1 do 3,5 kg/ha.

Sloučeniny podle vynálezu je možno používat jako herbicidní prostředky v kombinaci s příslušnými nosnými látkami nebo ředidly. Tyto prostředky jsou předmětem vynálezu.

Herbicidní prostředky je možno používat buď v pevných, nebo kapalných aplikačních formách. Pevné aplikační formy, například popraše a granuláty, je možno vyrobit smísením pevných nosných látek se sloučeninami podle vynálezu nebo impregnací pevných nosných látek těmito sloučeninami. Jako příklady pevných nosných látek je možno uvést infusoriovou hlinku, kaolin, mástek, křídou, vápenec a práškovou celulózu.

K přípravě herbicidních prostředků je možno používat různé přísady. Jako typické přísady tohoto druhu se uvádějí smáčedla a dispergátory, například kondenzační produkt formaldehydu s naftalensulfonátem a alkylbenzensulfonáty, činidla zvyšující přilnavost, například dextrin, a stabilizátory emulzí, například kaseinát amonný. Tyto přísady se účelně přidávají například do prostředků ve formě smáčitelných prášků nebo se používají společně s vhodnými rozpouštědly, například s uhlovodíky jako benzenem, toluenem, xylenem, tetrahydronaftalenem, alkylovanými naftaleny, kerosenem,

aromatickými uhlovodíkovými frakcemi ropy, dále s ketony jako s isoforonem, acetonem, cyklohexanonem, diisobutylketonem a methylethylketonem, alkoholy jako isopropanolem, ethanolem a methylcyklohexanolem, a s chlorovanými uhlovodíky jako s tetrachlorethylenem, ethylenchloridem nebo trichlorethylenem, k přípravě emulzních koncentrátů.

Herbicidní prostředky podle vynálezu mohou, kromě sloučeniny obecného vzorce I jako účinné látky, obsahovat i jiné účinné složky jako herbicidy, například herbicidy ze skupiny močovin, halogenbenzonitrilů, karbamátů a triazinů.

Koncentrované formy prostředků podle vynálezu obsahují obecně mezi 20 a 80 hmotnostními procenty, s výhodou mezi 2 a 50 hmotnostními procenty, sloučeniny obecného vzorce I jako účinné složky.

Aplikační formy prostředků podle vynálezu obsahují obecně mezi 0,01 a 10 hmotnostními procenty sloučeniny obecného vzorce I jako účinné složky.

V následující části jsou uvedeny specifické příklady herbicidních prostředků podle vynálezu.

## Příklad A

### A. Smáčitelný prášek

25 dílů sloučeniny obecného vzorce I, například 1-methyl-3-formyl-3-(3-chlor-4-isopropylfenyl)močoviny, 5 dílů kondenzačního produktu formaldehydu a naftalensulfonátu, 2 díly alkylbenzensulfonátu, 5 dílů dextrinu, 1 díl kaseinátu amonného a 62 dílů infusoriové hlinky se mísí až do vzniku homogenní směsi, která se pak rozemílá tak dlouho, až jednotlivé částice jsou v průměru značně menší než 45  $\mu\text{m}$ .

## Příklad B

### Emulzní koncentrát

25 dílů sloučeniny obecného vzorce I, 65 dílů xylenu a 10 dílů směsi reakčních produktů alkylfenolu s ethylenoxidem a dodecylbenzensulfonátem vápenatým se intenzívně míchá až do vzniku homogenního roztoku. Získaný emulzní koncentrát se před použitím ředí vodou.

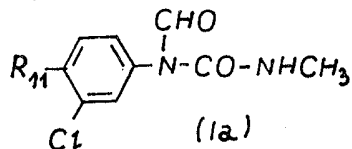
## Příklad C

### Granulát

5 kg sloučeniny obecného vzorce I, například 1-methyl-3-formyl-3-(3-chlor-4-isopropylfenyl)močoviny, se rozpustí ve 25 litrech methylenchloridu. Roztok se pak přidá k 95 kg granulovaného attapulgitu (velikost částic 24/48 mesh) a směs se důkladně promísí. Rozpouštědlo se pak odpaří za záhřevu za sníženého tlaku.

Sloučeniny podle vynálezu je možno aplikovat jak před, tak i po vzejití plevelů nebo užitkových plodin. S výhodou se popisované sloučeniny běžným způsobem aplikují před vzejitím nebo po vzejití užitkových plodin, zejména před vzejitím.

Výhodnými látkami podle vynálezu jsou sloučeniny obecného vzorce Ia



ve kterém

R<sub>11</sub> znamená alkylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku, zejména se 2 nebo 3 atomy uhlíku, například skupinu isopropyllovou.

Vynález ilustrují následující příklady provedení, jimiž se však rozsah vynálezu nijak neomezuje. Uváděnými procenty a díly se míní procenta a díly hmotnostní.

#### Příklad 1

1-methyl-3-formyl-3-(3-methyl-4-chlorfenyl)močovina

K roztoku 0,1 molu 3-methyl-4-chlorformanilidu ve 150 ml absolutního toluenu se přidá 11,4 g (0,2 molu) methylisokyanátu a 1,5 ml triethylaminu, reakční nádoba se uzavře a nechá se 4 až 7 dnů stát při teplotě místnosti. Vyloučená sraženina se odfiltruje a po promytí petroletherem poskytne titulní sloučeninu uvedenou v názvu, tající po krystalizaci z etheru při 108 až 110 °C.

Analogickým způsobem se získají sloučeniny obecného vzorce I, shrnuté do následující tabulky 1.

Pokud se po 7 dnech nevyloučí žádná sraženina, odpaří se rozpouštědlo a nadbytek methylisokyanátu ve vakuu, produkt se vysuší ve vysokém vakuu a překrystaluje se.

TABULKA 1

| Příklad číslo | R <sub>2</sub>                  | R <sub>1</sub>                      | Teplota tání<br>(krystalizační rozpouštědlo) |
|---------------|---------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------------------|
| 2             | CH <sub>3</sub>                 | Br                                  | 115 až 117 °C<br>(ethanol)                   |
| 3             | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> | Cl                                  | 84 až 85 °C<br>(ether/petrolether)           |
| 4             | Cl                              | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>       | 65 až 67 °C<br>(ether/petrolether)           |
| 5             | Cl                              | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>     | 99 až 101 °C<br>(ether)                      |
| 6             | Cl                              | sek.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>  | olej<br>Rf 0,4*)                             |
| 7             | Cl                              | terc.-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> | 112 až 114 °C<br>(ether)                     |
| 8             | Br                              | i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>     | 110 až 112 °C<br>(ethanol)                   |

Legenda:

\*) měřeno při chromatografii na silikagelu za použití směsi chloroformu a acetonu (9:1) jako rozpouštědlového systému.

#### Příklad 9

Selektivní hubení plevelů — preemergentní ošetření

Osevní misky se do výšky 6 cm naplní směsí rašelinného kultivačního substrátu č. 1 (Torfstreuverband G. m. b. H., 29 Oldenburg, Německá spolková republika) a písku. Povrch směsi rašelinného substrátu a písku se postříká 50 ml vodného roztoku sloučeniny obecného vzorce připraveného postupem podle příkladu B) a do každé misky se zasejí různá semena uvedená níže. Po zasetí semen se ošetřený povrch přikryje tenkou vrstvou (0,5 cm) směsí rašelinného substrátu a písku. Misky se pak 28 dnů udržují při teplotě místnosti za čtrnácti- až sedmnáctihodinového osvětlování denně.

Shora uvedeným způsobem se aplikují sloučeniny z příkladů 1 až 8 v dávkách povídajících 1,5 kg/ha a 2,5 kg/ha.

K pokusu se používají následující druhy rostlin:

psárka (*Alopecurus* spp.), laskavec ohnutý (*Amaranthus retroflexus*), kokoška pastuší tobolek (*Capsella bursa pastoris*), merlík bílý (*Chenopodium album*), ptačinec žabinec (*Stellaria media*), starček obecný (*Senecio vulgaris*), ježatka kuří noha (*Echinochloa crus-galli*), lipnice roční (*Poa annua*), psineček výběžkatý (*Agrostis alba*), pšenice (*Triticum vulgare* — odrůda Probus), ječmen (*Hordeum*), sója (*Glycine soja*), len setý (*Linum usitatissimum*), brambor (*Solanum tuberosum*) a bavlník (*Gossypium hirsutum*).

V každém případě dochází k selektivnímu herbicidnímu účinku, tzn., že plevely jsou významně poškozeny bez podstatnějších škod na kulturních rostlinách.

## Příklad 10

Selektivní hubení plevelů — postemergentní ošetření

Pracuje se analogickým postupem jako v příkladu 9 s tou výjimkou, že herbicid se aplikuje až v době, kdy rostliny jsou ve stavu 2 až 4 listů. Vysévání semen rostlin se přitom reguluje tak, aby rostliny dosáhly stadia 2 až 4 listů zhruba ve stejné době.

Shora uvedeným postupem se rovněž ap-

likují sloučeniny z příkladů 1 až 8, v dávkách odpovídajících 1,5 kg/ha a 2,5 kg/ha.

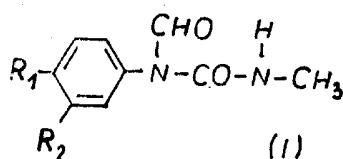
K pokusu se používají následující druhy rostlin:

merlík bílý (*Chenopodium album*), ptačinec žabinec (*Stellaria media*), starček obecný (*Senecio vulgaris*), ježatka kuří noha (*Echinochloa crus-galli*), lipnice roční (*Poa annua*), psineček výběžkatý (*Agrostis alba*) a kulturní rostliny uvedené v příkladu 9.

Ve všech případech dochází k selektivnímu herbicidnímu účinku.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Herbicidní prostředek k selektivnímu hubení plevelů v kulturách užitkových rostlin, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I

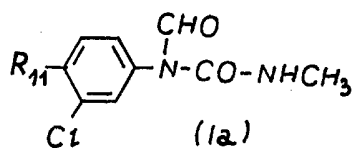


ve kterém

každý ze symbolů  $\text{R}_1$  a  $\text{R}_2$ , které mohou být stejné nebo rozdílné, znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, atom fluoru, chloru nebo bromu, s tím, že nejvýše jeden ze symbolů  $\text{R}_1$  a  $\text{R}_2$  znamená atom chloru nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku a v případě, že  $\text{R}_2$  představuje atom chloru, pak  $\text{R}_1$  neznámá methylovou skupinu,

v kombinaci s nosičem nebo ředidlem.

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



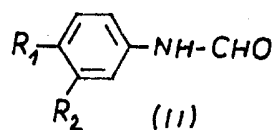
ve kterém

$\text{R}_{11}$  znamená alkylovou skupinu se 2 až 4 atomy uhlíku.

3. Prostředek podle bodu 2, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu shora uvedeného obecného vzorce Ia, ve kterém  $\text{R}_{11}$  znamená isopropyllovou skupinu.

4. Prostředek podle bodu 2, vyznačující se tím, že jako účinnou látku obsahuje sloučeninu shora uvedeného obecného vzorce Ia, ve kterém  $\text{R}_{11}$  znamená terc.butyllovou skupinu.

5. Způsob výroby účinných látek podle bodu 1, vyznačující se tím, že se kondenzuje sloučenina obecného vzorce II



ve kterém  $\text{R}_1$  a  $\text{R}_2$  mají význam jako v bodu 1, se sloučeninou obecného vzorce III



při teplotě v rozmezí od 15 do 100 °C.