

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

212723
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 13 08 80

(21) (PV 5587-80)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 13 08 79
(065864) Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno 15 07 84

(51) Int. Cl.³
A 01 N 47/28
A 01 N 47/10

(72)

Autor vynálezu

GODDARD STEVEN JEROME, WEST GROVE, PENSYLVÁNIE (Sp. st. a.)

(73)

Majitel patentu

E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY, WILMINGTON, DELAWARE
(Sp. st. a.)

(54) **Fungicidní prostředek**

1

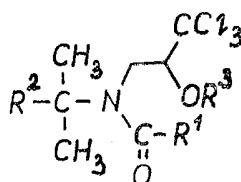
2

Substituované trichlorpropylmočoviny, jako je například 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina, jsou užitečné při regulaci plísňových onemocnění rostlin.

Tento vynález se týká substituovaných trichlorpropylmočovin, zvláště pak substituovaných trichlorpropylmočovin, jako je 1-[1,1-dimethylethyl]-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina, které jsou užitečné při regulaci nemocí živých rostlin.

Není známo, že by kde v odborné literatuře byly syntetizovány a používány sloučeniny podle tohoto vynálezu.

Tento vynález se zakládá na objevu, že sloučeniny obecného vzorce I,



(I)

v němž znamená

R¹ skupinu CH₃NH, CH₃O nebo skupinu CH₃,

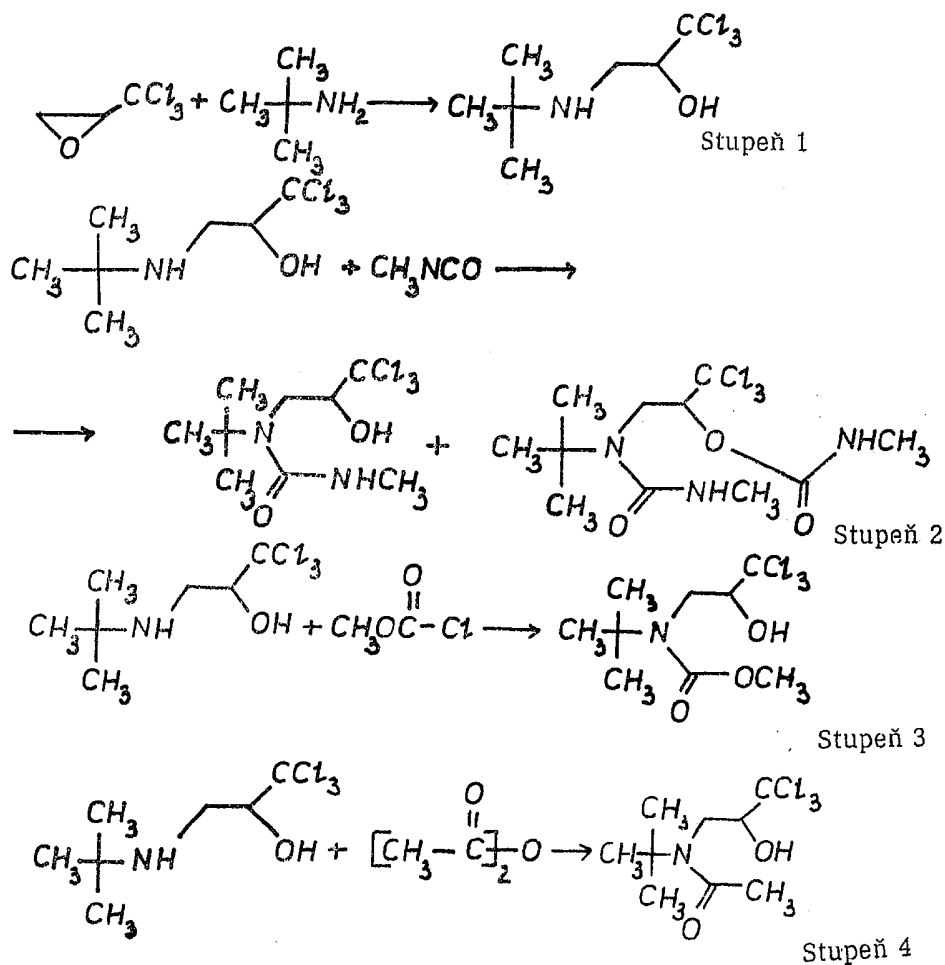
R² skupinu CH₃ nebo skupinu HC≡C a

R³ atom vodíku nebo skupinu CH₃NHC(=O)—, s tím, že jestliže R² znamená skupinu HC≡C, pak R¹ znamená skupinu CH₃NH a R³ atom vodíku, a s tím, že jestliže R³ znamená skupinu

CH₃NHC(=O)—, pak R¹ znamená skupinu CH₃NH a R² skupinu CH₃, jsou účinná regulační čidla nemocí rostlin.

Tento vynález se také týká prostředků, ve kterých účinnou složkou jsou sloučeniny podle tohoto vynálezu, a způsobu použití těchto sloučenin při regulaci nemocí rostlin.

Sloučeniny podle tohoto vynálezu se mohou vyrábět podle následujícího reakčního schématu:



Stupeň 1

Výroba 2-[trichloromethyl]oxiranu je popsána H. Gilmanem a R. K. Abottem, jr.: J. Org. Chem. 8, 224 (1943). Zpracováním 2-

-trichloromethyl]oxiranu s 1,1-dimethylaminem při asi -30 °C až + 50 °C v rozpouštědle, jako je například methanol, se vyrábí 3-[1,1-dimethylethylamino]-1,1,1-trichlor-2-propanol.

Stupeň 2

Zpracování 3-(1,1-dimethylethylamino)-1,1,1-trichlor-2-propanolu s methylisokyanatanem se normálně provádí při -70°C až $+80^{\circ}\text{C}$ v inertním rozpouštědle, jako je chloroform. Vyrobit se 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina a 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-[3,3,3-trichlor-2-(methylkarbamoyloxy)propyl]močovina.

Stupeň 3

3-(1,1-Dimethylamino)-1,1,1-trichlor-2-propanol se pak může zpracovat s methylesterem kyseliny chlormravenčí při asi -70°C až $+70^{\circ}\text{C}$ za přítomnosti akceptoru kyselin, jako je triethylamin, v rozpouštědle, jako je dichlormethan. Vyrobit se methylester (1,1-dimethylethyl)-3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)karbamové kyseliny.

Stupeň 4

Zpracování 3-(1,1-dimethylethylamino)-1,1,1-trichlor-2-propanolu s anhydridem kyseliny octové se provádí při asi -70°C až $+70^{\circ}\text{C}$ v rozpouštědle, jako je například dichlormethan. Vyrobit se N-(1,1-dimethylethyl)-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)acetamid podle tohoto vynálezu.

Výroba sloučenin podle tohoto vynálezu je ilustrována následujícími příklady.

Příklad 1

Ke 200 g míchaného methanolu se přidá po kapkách při 20°C během 30 minut 48,4 g 2-(trichlormethyl)oxiranu a 21,9 g 1,1-dimethylethylaminu v ekvimolárních poměrech. Po šestnáctihodinovém míchání za teploty místnosti se rozpouštědlo oddestiluje za sníženého tlaku při 13,3 kPa. Bílý odparek se rekrystaluje ze 300 g hexanu. Vyrobit se 50,7 g 3-(1,1-dimethylethylamino)-1,1,1-trichlor-2-propanolu, který taje při $100,5$ až 102°C .

Následující sloučenina se vyrobí tak, že se 1,1-dimethylethylamin v příkladu 1 nahradí 1,1-dimethyl-2-propin-1-aminem: 2-[(1,1-dimethyl-2-propinyl)amino]-1-(trichlormethyl)ethanol, t. t. 48 až 50°C .

Příklad 2

K roztoku 5 g 3-(1,1-dimethylethylamino)-1,1,1-trichlor-2-propanolu a 0,1 g dibutyldihydroxycindidodekanoátu v 50 g chloroformu, který se vaří pod zpětným chladičem, se přidá po kapkách během 10 minut 2,51 g methylesteru kyseliny isokyanaté. Po jedné hodině varu pod zpětným chladičem se reakční směs odpaří za sníženého tlaku při 13,3 kPa. Získá se 7,75 g sklovité látky. Krystalizací této sklovité látky z hexanu se vyrobí 3,1 g bílých krystalů, které

se rekrystalují ze směsi 10 g hexanu a 3 g toluenu. Výtěžek je 2,7 g bílé 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močoviny, která má t. t. 141,5 až $142,5^{\circ}\text{C}$. Filtrát z původní krystalizace se odpaří za sníženého tlaku při 13,3 kPa. Získá se sklovitá hmota, která se krystaluje z hexanu. Vyrobit se 2,7 g bílé 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-[3,3,3-trichlor-2-(methylkarbamoyloxy)propyl]močoviny, která má teplotu tání 119 až 123°C .

Příklad 3

Dvacet ml 1M dichlormethanového roztoku, který obsahuje 1,17 g methylesteru kyseliny isokyanaté, se při -70°C během 15 minut přidá po kapkách k míchané suspenzi 5 g 2-[(1,1-dimethyl-2-propinyl)amino]-1-(trichlormethyl)ethanolu. Reakční směs se nechá během 1 hodiny ohřát na teplotu místnosti a pak se tři hodiny míchá. Reakční směs se oddestiluje za sníženého tlaku při 13,3 kPa. Získá se 7,7 g bílé pevné látky, která se rekrystaluje ze směsi 25 g 1-chlorbutanu a 10 g hexanu. Vyrobit se 2,9 gramu bílé N-(1,1-dimethyl-2-propinyl)-N'-methyl-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močoviny, která má t. t. 120,0 až $120,5^{\circ}\text{C}$.

Příklad 4

K míchanému roztoku 5 g 3-(1,1-dimethylethylamino)-1,1,1-trichlor-2-propanolu a 2,15 g triethylaminu v 50 g dichlormethanu, který se ochladí na -60°C , se během 5 minut přikape 2,01 g methylesteru kyseliny chlormravenčí. Reakční směs se nechá během 1 hodiny ohřát na teplotu místnosti a směs se míchá tři hodiny. Za sníženého tlaku při 13,3 kPa se reakční směs odpaří. Získá se 5,6 g oleje, který krystaluje z 50 g hexanu. Vyrobit se 5,2 g bílého methylesteru (1,1-dimethylethyl)-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)karbamové kyseliny, t. t. 100 až 101°C .

Příklad 5

K míchané suspensi 5 g 3-(1,1-dimethylethylamino)-1,1,1-trichlor-2-propanolu v 75 g dichlormethanu se při -60°C během 15 minut přikape 2,2 g anhydridu kyseliny octové. Reakční směs se nechá během 1 hodiny ohřát na teplotu místnosti, pak se při této teplotě míchá 2 hodiny. Roztok se promyje 100 g nasyceného vodného roztoku hydrogenuhličitanu sodného, vysuší se bezvodým síranem sodným a za sníženého tlaku při 13,3 kPa se odpaří. Získá se 3,9 oleje. Olej se rekrystaluje z methylcyklohexanu. Vyrobit se 1,4 g bílého N-(1,1-dimethylethyl)-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)acetamidu, t. t. 124 až 126°C .

Užitečné prostředky sloučenin obecného vzorce I se mohou vyrábět konvenčními způ-

soby. Patří mezi ně prachy, granule, roztoky, suspenze, emulze, smáčitelné prášky, emulgovatelné koncentráty a podobné. Mnohé z nich se mohou aplikovat přímo. Prostředky, které se rozprašují, se mohou ředit vhodnými činidly. Mohou se používat v objemech od několika litrů do několika tisíc litrů na hektar. Prostředky o vysoké koncentraci účinné složky se primárně používají jako meziprodukty pro další pro-

středky. Prostředky, zhruba řečeno, mohou obsahovat asi 1 až 99 hmotnostních % účinné složky (účinných složek) a buď asi 0,1 až 20 % povrchově aktivních činidel (aktivního činidla), a/nebo 5 až 99 % pevného nebo kapalného inertního ředidla (pevných nebo kapalných inertních ředidel). Prostředky obsahují tyto složky v následujících přibližných poměrech:

	účinná složka	hmotnostní procenta inertní ředidlo (ředidla)	povrchově aktivní činidlo (činidla)
smáčitelné prášky	20—90	0—74	1—10
olejové suspenze, emulze roztoky (včetně emulgovatelných koncentrátů)	5—50	40—95	0—15
vodné suspenze	10—50	40—84	1—20
prachy	1—25	70—99	0—5
granule	1—95	5—99	0—15
pelety	1—95	5—99	0—15
prostředky o vysoké koncentraci účinné složky	90—99	0—10	0—2

Podle zamýšleného použití a podle fyzikálních vlastností sloučeniny se ovšem používá buď nižší, nebo vyšší hladina účinné složky. Někdy jsou žádoucí vyšší poměry povrchově aktivního činidla k účinné složce. Toho lze dosáhnout zahrnutím povrchově aktivního činidla do prostředku nebo smícháním povrchově aktivního činidla s prostředkem v nádrži.

Typická pevná ředidla popisuje Watkins a spol.: „Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers“, 2. vydání, Dorland Books, Caldwell, N. J. Pro smáčitelné prášky jsou výhodná adsorptivnější ředidla, pro prachy jsou výhodná hustší ředidla. Typická kapalná ředidla a rozpouštědla popisuje Marsdens: „Solvente Guide“, druhé vydání, Interscience, New York, 1950. U suspenzních koncentrátů je výhodné, jestliže rozpustnost je nižší než 0,1 %. Roztoky koncentrátů jsou s výhodou stabilní proti rozdělení fází při 0 °C. „Mc Cutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual“, Allured Publ. Corp., Ridgwood, New Jersey a také Sisely a Wood: „Encyclopedia of Surface Active Agents“, Chemical Publ. Co., Inc., New York, 1964, uvádějí seznam povrchově aktivních činidel a doporučené použití. Všechny prostředky mohou obsahovat menší množství aditiv, která snižují pěnivost korozi, mikrobiologický růst atd.

Metody výroby takových prostředků jsou velmi dobře známy. Roztoky se mohou vyrábět jednoduše tak, že se složky smísí. Prostředky ve formě jemných pevných částic se mohou vyrábět tak, že se složky smísí a obvykle se rozemelou v kladivovém nebo fluidním mlýně. Suspenze se mohou vyrábět rozemletím složek za mokra. Granule se mohou vyrábět tak, že se aktivní ma-

teriál rozpráší na předem vyrobené granulární nosiče anebo se vyrábí aglomeračními technikami.

Následující příklady dále ilustrují prostředky podle tohoto vynálezu.

Příklad 6

Smáčitelný prášek

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	53 %
alkylnaftalensulfonát sodný	2 %
ligninsulfonát sodný	3 %
infuzoriová zemina	42 %

Složky se promísí a rozemelou v kladivovém mlýnu. Vyrobí se částice s účinnou složkou, jejich průměr je u všech v podstatě menší než 50 μm . Tento produkt se před zabalením znovu promísí.

Nebo se materiál po rozemletí v kladivovém mlýně dále mele ve vzduchovém mlýně. Vyrobí se tak částice s účinnou složkou, jejichž průměr je v podstatě u všech menší než 10 μm . Tento produkt se před zabalením znovu promísí.

Příklad 7

Smáčitelný prášek

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	65 %
dodecylfenoether polyethylenglykolu	2 %
ligninsulfonát sodný	4 %
křemičitohlinitan sodný	6 %
montmorillonit (kalcinovaný)	23 %

Složky se řádně promísí. Pevné složky se

v mísiči postříkají kapalným povrchově aktivním činidlem. Rozemletím v kladivovém mlýně se vyrobí částice, jejichž velikost je v podstatě u všech menší než 100 μm . Materiál se znovu promísí, prosije se sítí USS č. 50 (otvory 0,3 mm) a zabalí.

Příklad 8

Olejová suspenze

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	25 %
hexaoleát polyoxyethylensorbitolu	5 %
olej vyšších alifatických uhlovodíků	70 %

Složky se společně melou v pískovém mlýně tak dlouho, dokud se velikost pevných částic nezmenší asi pod 5 μm . Výsledná hustá suspenze se může aplikovat přímo. S výhodou se však aplikuje po zředění oleji nebo po emulgování ve vodě.

Příklad 9

Roztok

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	30 %
dimethylformamid	70 %

Složky se spojí a míchají se tak dlouho, dokud nevznikne roztok. Ten se může použít pro maloobjemové aplikace.

Příklad 10

Emulgovatelný koncentrát

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	20 %
chlorbenzen	74 %
monostearát sorbitanu a jeho polyoxyethylenové kondenzáty	6 %

Složky se spolu spojí a smíchají tak, že se získá roztok. Tento roztok se pro aplikaci může emulgovat ve vodě.

Příklad 11

Vodná suspenze

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	25 %
hydratovaný attapulgit	3 %
surový ligninsulfonát vápenatý	10 %
dihydrogenfosforečnan sodný	0,5 %
voda	61,5 %

Složky se spolu melou v kulovém nebo válcovém mlýně tak dlouho, dokud se velikost pevných částic nezmenší tak, aby jejich průměry byly menší než 10 μm .

Příklad 12

Vodná suspenze

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	50,0 %
polyakrylová kyselina jako zahušťovadlo	0,3 %
dodecylfenoether polyethylenglykolu	0,5 %
hydrogenfosforečnan sodný	1,0 %
dihydrogenfosforečnan sodný	0,5 %
polyvinylalkohol	1,0 %
pentachlorfenol	0,4 %
voda	46,3 %

Složky se spolu rozemelou v pískovém mlýně. Vyrobí se tak částice, které mají velikost v podstatě menší než 5 μm .

Příklad 13

Prach

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	10 %
attapulgit	10 %
talek	80 %

Účinná složka se smísí s attapulgitem a směs se rozemele v kladivovém mlýně. Vyrobí se tak částice, které mají velikost v podstatě menší než 200 μm . Rozemletý koncentrát se pak míchá do zhomogenizování s práškovaným talkem.

Příklad 14

Koncentrát s velkým obsahem účinné složky

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	99 %
trimethylnonylether polyethylenglykolu	1 %

Účinná složka se v mísiči postříká povrchově aktivním činidlem. Směs se před zabalením prosije sítí USS č. 40 (otvory 0,42 mm). Pro praktické použití se koncentrát může dále upravit.

Příklad 15

Koncentrát s velkým obsahem účinné složky

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	98,5 %
aerogel kysličníku křemičitého	0,5 %
synteticky amorfni jemný kysličník křemičitý	1,0 %

Složky se smísí a rozemelou se v kladivovém mlýně. Vyrobí se koncentrát s velkým obsahem účinné složky, který v podstatě všechen projde sítí USS č. 50 (otvory 0,3 mm). Tento materiál se pak může upravit jakýmkoliv vhodným způsobem.

Příklad 16

Prach

prostředek ve formě koncentrátu s velkým obsahem účinné složky z příkladu 14 nebo 15, kde účinnou složkou je 1-[1,1-dimethylethyl]-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)-močovina	25,4 %
práškovaný pyrofillit	74,6 %

Složky se spolu promísí a pro použití se zabalí.

Příklad 17

Granule

smáčitelný prášek z příkladu 6 nebo 7	10 %
attapulgitové granule (USS č. 20 až 40, 0,84 až 0,42 mm)	90 %

Attapulgitové granule se v dvoukuželovém mísiči postříkají kaší smáčitelného prášku, která obsahuje 50 % pevných částic. Granule se vysuší a zabalí.

Příklad 18

Granule

smáčitelný prášek z příkladu 6	15 %
sádra	69 %
síran draselný	16 %

Složky se míchají v rotačním mísiči. Aby došlo ke granulaci, postříkují se přitom vodou. Jakmile má většina materiálu požadovanou velikost v rozmezí od 1,0 do 0,42 mm (USS síta č. 18 až 40), granule se vyjmou, vysuší a prosejí. Materiál, který má větší velikost než je požadováno, se roztluče. Získá se tak další materiál, jehož velikost se pohybuje v požadovaném rozmezí. Tyto granule obsahují asi 7,5 % účinné složky.

Příklad 19

Vytlačované pelety

1-[1,1-dimethylethyl]-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina	25 %
bezvodý síran sodný	10 %
surový ligninsulfonát vápenatý	5 %
alkylnaftalensulfonát sodný	1 %
bentonit vápenatý/hořečnatý	59 %

Složky se promísí, rozemelou se v kládovém mlýně a zvlhčí se asi 12 % vody. Směs se vytlačuje ve formě válečku o průměru asi 3 mm, z něhož se řezou pelety dlouhé asi 3 mm. Tyto pelety se po vysušení mohou přímo použít. Nebo se vysušené pelety mohou rozdrtit tak, aby prošly

sítem USS č. 20 (s otvory 0,84 mm). Granule, které se zadrží na sítu USS č. 40 (otvory 0,42 mm), se zabalí pro použití. Jemnější částice se recyklují.

Sloučeniny podle tohoto vynálezu jsou účinné pro regulaci nemoci rostlin u různých hostitelských rostlin s tím, že je zachována bezpečnost rostlin. Onemocnění rostlin vyvolávají plísňové patogeny, které reprezentují (ale které nejsou omezeny jenom na následující patogeny) *Phytophthora infestans*, *Uromyces phaseoli* a *Puccinia graminis*.

Regulace onemocnění se provádí tak, že se na část rostliny, která má být chráněna, jako jsou například stonky, olistění, plody a semena, nebo na půdu (prostředí), v níž se rostlina pěstuje, aplikuje účinné množství sloučenin podle tohoto vynálezu. Zpracování se může provádět před naočkováním (preventivní) nebo krátce po naočkování (léčebné).

Aplikační dávky sloučenin podle tohoto vynálezu jsou dány druhem hostitelských rostlin, druhem plísňových patogenů a mnoha dalšími faktory prostředí. Lze je stanovit na základě podmínek toho kterého použití. Většinou se při ochraně před onemocněním používá při postřiku listů koncentrace v rozmezí od 1 do 500 ppm (díků z miliónu) aktivní složky. Rostliny lze před onemocněním chránit tak, že se půda, v níž se rostliny pěstují, zpracuje se sloučeninami podle tohoto vynálezu v koncentraci, která se pohybuje v rozmezí od asi 5 do 100 ppm vzhledem k hmotnosti půdy. Prostředky podle tohoto vynálezu mohou obsahovat také konvenční pesticidy, jako jsou například insekticidy, miticidy, baktericidy, nematicidy, fungicidy nebo jiné zemědělské chemikálie, jako jsou například činidla ovlivňující růst, přísady hnojiv a podobná. Příslušný výběr konvenčních pesticidů a stanovení jejich množství může provádět odborník, který se zabývá ochranou rostlin proti napadení škůdci.

Následující sloučeniny jsou příkladem jiných fungicidů, které lze do prostředku zahrnout, nebo které lze přidat k postřikům obsahujícím jednu nebo více účinných složek podle tohoto vynálezu:

bis(dimethylthiokarbamoyl)disulfid neboli tetramethylthiuramdisulfid (thiram), soli kovů s ethylenbisdithiokarbamovou kyselinou nebo s propylenbisdithiokarbamovými kyselinami, např. soli hořčiku, zinku, železa a sodíku (maneb nebo zineb), dodecylguanindinacetát (dodine), N-(trichlormethylthio)ftalimid (folpet), N-[(trichlormethylthio)-4-cyklohexen-1,2-dikarboximid (captan), cis N-[(1,1,2,2-tetrachlorethylthio)-4-cyklohexen-1,2-dikarboximid (captafol],

2,4-dichlor-6-(o-chloranilino)- α -triazin („Dyrene”),
 3,3'-ethylenbis(tetrahydro-4,6-dimethyl-2H-1,3,5-thiadiazin-2-thion) (milneb),
 trifenylocínhydroxid (fentinhydroxid),
 trifenylocínacetát (fentinacetát),
 N'-dichlorfluormethylthio-N,N-dimethyl-N'-fenylsulfamid (dichlorfluanič),
 tetrachlorisofthalonitril (chlorthalonil),
 trihydroxid-sulfát mědi
 vázaná měď,
 síra,
 methylester 1-(butylkarbamoyl)-2-benzimidazolkarbamové kyseliny (benomyl),
 methylester 2-benzimidazolkarbamové kyseliny (karbendazim),

1,2-bis(3-methoxykarbonyl-2-thioureido)-benzen (methylester kyseliny thiofanové),
 2-kyano-N-(ethylkarbamoyl)-2-methoxyimino-acetamid,
 N-(3',5'-dichlorfenyl)-1,2-dimethylcyklopropan-1,2-dikarboximid,
 1-(4-chlorfenoxy)-3,3-dimethyl-1-(1H-1,2,4-triazol-1-yl)-2-butanon,
 methylester N-(2,6-dimethylfenyl)-N-methoxyacetyl)-2-alaninu.

V následujících příkladech se biologická účinnost sloučenin podle tohoto vynálezu v procentech regulace onemocnění počítá podle vzorce:

$$100 - \left[\frac{\text{počet onemocnění u zpracovaných}}{\text{počet onemocnění u nezpracovaných}} \right] \cdot 100 = \% \text{ regulace}$$

Všechna procenta jsou procenta hmotnostní, pokud není jinak udáno. Jestliže se hostitelské rostliny, které jsou uvedeny v následujících příkladech, zpracovávají se sloučeninami podle vynálezu ve specifických aplikačních dávkách, pak dochází k malému poškození rostlin anebo rostliny nejsou poškozovány vůbec. Za každým příkladem jsou uvedeny výjimky.

Příklad 20

Sloučeniny podle vynálezu se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Pak se suspendují na

sloučenina

koncentraci 80 ppm v čisté vodě, která obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem[®] 014 (estery polyhydroxyalkoholů). Touto suspenzí se postříkají 6 týdnů staré rostlinky rajsých jablíček. Následujícího dne se rostlinky naočkují suspenzí spor *Phytophthora infestans* (plíseň bramborová). Následuje inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 °C po dobu 24 hodin a pak ve skleníku další 4 dny. Pak se onemocnění vyhodnotí. Níže uvedené výsledky ukazují, že došlo k preventivnímu účinku při regulaci onemocnění rostliny.

procenta regulace plísně bramborové
 (*Phytophthora infestans*)

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina

100+

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-[3,3,3-trichlor-2-(methylkarbamoyloxy)-propyl]močovina

88+

N-(1,1-dimethyl-2-propinyl)-N'-methyl-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina

90

N-(1,1-dimethylethyl)-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)acetamid

88

+ Při chemické zpracování (postřiku) došlo k popáleninám olistění.

Příklad 21

Sloučeniny podle vynálezu se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Pak se suspendují v čisté vodě, která obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem^R 014 (estery polyhydroxyalkoholů). Tato suspenze se aplikuje při zalévání půdy s rajskými jab-

sloučenina

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina

methylester (1,1-dimethylethyl)-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)karbamové kyseliny

N-(1,1-dimethyl-2-propinyl)-N'-methyl-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)-močovina

N-(1,1-dimethylethyl)-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)acetamid

+ Při chemických zpracováních došlo k popáleninám olistění.

Příklad 22

1-(1,1-Dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Pak se suspenduje na koncentraci 80 ppm v čisté vodě, která obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem^R 014 (estery polyhydroxyalkoholů). Šest týdnů staré rostlinky rajských jableček se naočkují suspenzí spory Phytophthora infestans. Následuje šestihodinová inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 °C. Před postřikáním se rostlinky nechají oschnout. Postříkané rostlinky se opět přenesou do komory, v níž se udržuje 100% vlhkost, a nechají se tam přes noc. Druhý den se přenesou do skleníku, kde zůstanou další 4 dny, načež se onemocnění vyhodnotí. Rostlinky, které byly zpracovány s 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)-močovinou, měly pouze několik poškození olistění, na rozdíl od nezpracovaných rost-

sloučenina

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina

1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-[3,3,3-trichlor-2-(methylkarbamoyloxy)propyl]-močovina

N-(1,1-dimethyl-2-propinyl)-N'-methyl-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina

N-(1,1-dimethylethyl)-N-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)acetamid

linky v dávce 25 kg/ha povrchu plochy. Po 24 hodinách se rostliny naočkují suspenzí spor Phytophthora infestans. Následuje inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 stupních Celsia po dobu 24 hodin a pak ve skleníku další 4 dny. Potom se onemocnění vyhodnotí. Dále uvedené výsledky ukazují systémový preventivní účinek při regulaci onemocnění rostliny.

procenta regulace plísně bramborové

100

85+

83+

95

linek, které měly četné skvrny na listech. Bylo dosaženo 70 % regulace onemocnění. S tímto zpracováním je spojeno jisté chemické popálení olistění rajských jableček.

Příklad 23

Sloučeniny podle vynálezu se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Pak se suspendují na koncentraci 80 ppm v čisté vodě, která obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem^R 014 (estery polyhydroxyalkoholů). Touto suspenzí se postříkají rostlinky pšenice. Následující den se rostlinky naočkují suspenzí spory Puccinia graminis var. tritici (rez obilná). Následuje inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 °C po dobu 24 hodin a potom ve skleníku dalších 7 dnů. Pak se provede vyhodnocení onemocnění. Níže je uvedena preventivní regulace onemocnění v procentech.

procenta regulace rzi obilné

100

87

85

95

Příklad 24

1-{1,1-Dimethylethyl}-3-methyl-1-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}močovina se rozpustí ve směsi acetonu s dimethylformamidem (v poměru 9 : 1). Pro systémovou regulaci rzi obilní způsobené *Puccinia graminis* var. *tritici* se pokryjí semena pšenice tímto roztokem. Zpracovaná semena se nechají oschnout. Semena se pak zasází po 10 do květináče se sterilní půdou. Nechají se růst v normálních skleníkových podmínkách, teplota se při tom pohybuje v rozmezí od 18 do 25 °C.

Ve stáří dvou týdnů se rostlinky ze zpracovaných semen naočkují suspenzí spor *Puccinia graminis* var. *tritici*. Následuje inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 stupních Celsia po dobu 24 hodin a potom ve skleníku po dobu dalších 7 dnů. Pak se vyhodnotí onemocnění. Rostlinky, pocházející ze semen, které byly zpracovány dávkou 2,5 g 1-{1,1-dimethylethyl}-3-methyl-1-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}močoviny na kg semen, mají pouze několik puchýřků rzi (74 % regulace), na rozdíl od nezpracovaných semen, z nichž vyrostlé rostlinky mají na každém listu četné puchýřky rzi.

Příklad 25

1-{1,1-Dimethylethyl}-3-methyl-1-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}močovina se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Pak se suspenduje v čisté vodě, která obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem^R 014 (estery polyhydroxyalkoholů). Pro stanovení systémového efektu se tato suspenze aplikuje na rostlinky pšenice při zalévání v dávce 5 kg/ha. Po 24 hodinách se rostlinky naočkují suspenzí spor *Puccinia graminis* var. *tritici*. Následuje inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 °C po dobu 24 hodin, pak ve skleníku dalších 7 dnů, načež se onemocnění vyhodnotí. Rostlinky vyrostlé v půdě, která byla zpracována s 1-

-{1,1-dimethylethyl}-3-methyl-1-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}močovinou, měly jenom několik puchýřků rzi (95 % regulace), na rozdíl od nezpracovaných rostlinek, které měly na každém listu četné puchýřky rzi.

Příklad 26

1-{1,1-Dimethylethyl}-3-methyl-1-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}močovina se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Potom se suspenduje na koncentraci 80 ppm v čisté vodě, která obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem^R 014 (estery polyhydroxyalkoholů). Touto suspenzí se postříkají sazenice fazole Pinto. Následujícího dne se rostlinky naočkují suspenzí spor houby *Uromyces phaseoli* var. *typica* (rez fazolová). Následuje inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 °C po dobu 24 hodin a dalších 7 dnů ve skleníku. Pak se vyhodnotí onemocnění. Ty fazolové rostlinky, které byly zpracovány s 1-{1,1-dimethylethyl}-3-methyl-1-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}močovinou, měly několik puchýřků rzi (70 % regulace) na rozdíl od nezpracovaných rostlinek, které měly četné puchýřky rzi.

Příklad 27

Sloučeniny podle tohoto vynálezu se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Potom se suspendují v čisté vodě, která obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem^R 014 (estery polyhydroxyalkoholů). Tato suspenze se aplikuje ve formě závlahy půdy na fazole rostoucí v půdě. Suspenze se aplikuje v dávce 25 kg/ha plochy povrchu. Po 24 hodinách se rostlinky naočkují suspenzí spor *Uromyces phaseoli* var. *typica*. Následuje inkubace v komoře se 100% vlhkostí při 20 °C po dobu 24 hodin a po dalších 7 dnů ve skleníku. Pak se onemocnění vyhodnotí. Výsledky tohoto testu, které jsou uvedeny dále, indikují systémový účinek těchto sloučenin.

sloučenina

procento regulace rzi fazolové

1-{1,1-dimethylethyl}-3-methyl-1-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}močovina

100⁺

methylester (1,1-dimethylethyl)-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}karbamové kyseliny

83

N-{1,1-dimethylethyl}-N-{3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl}acetamid

100⁺

+ Při zpracování s chemikáliemi dochází k jistému popálení listů.

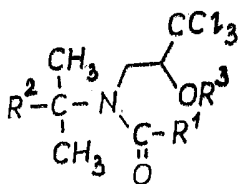
Příklad 28

1-(1,1-Dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina se rozpustí v acetonu v množství, které odpovídá 10 % konečného objemu. Potom se suspenduje na koncentraci 80 ppm v čisté vodě, které obsahuje 250 ppm povrchově aktivního činidla Trem[®] 014. (estery polyhydroxyalkoholů). Rostlinky fazole Pinto se naočkují suspenzí spor *Uromyces phaseoli* var. *typica* (rez fazolová). Následuje inkubace

v komoře se 100% vlhkostí při 20 °C po dobu 24 hodin. Po osušení se fazole postříkají. Postříkané rostlinky se přenesou zpět do komory, v níž je udržována 100 % vlhkost. Ponechají se v této komoře přes noc a pak se přenesou na dalších 7 dnů do skleníku. Rostlinky, které byly zpracovány s 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-1-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovinou, měly několik málo puchýřků rzi (regulace 67 proc.), na rozdíl od nezpracovaných rostlin, které měly četné puchýřky rzi.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Fungicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje sloučeninu obecného vzorce I,



(I)

v němž znamená

R¹ skupinu CH₃NH, CH₃O nebo skupinu methylovou,

R² skupinu methylovou nebo skupinu CH≡C a

R³ atom vodíku nebo skupinu CH₃NHC—,

s tím, že jestliže R² znamená skupinu HC≡C, pak R¹ znamená skupinu CH₃NH a R³ atom vodíku, a

s tím, že jestliže R³ znamená skupinu

CH₃NHC—, pak R¹ znamená skupinu CH₃NH a R² skupinu methylovou, a pevné nebo kapalné inertní ředidlo a/nebo povrchově aktivní činidlo (činidla).

2. Fungicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že substituent R² znamená methylovou skupinu.

3. Fungicidní prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že sloučeninou obecného vzorce I je 1-(1,1-dimethylethyl)-3-methyl-(3,3,3-trichlor-2-hydroxypropyl)močovina.