



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

241065

(11)

(32)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 43/38

(22) Přihlášeno 29 12 82

(21) (PV 6029-83)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 30 12 81
(335 789) Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 15 08 87

(72)

Autor vynálezu

GREEN LADDIE LEE, SAN JOSE; DUERKSEN CHARLES JOHN, VISALIA;
RODRIGUEZ BENJAMIN PAGURAYAN, VISALIA, CALIFORNIA
(Sp. st. a.)

(73)

Majitel patentu

STAUFFER CHEMICAL COMPANY (MANUFACTURING CHEMISTS)
WESTPORT, CONNECTICUT (Sp. st. a.)

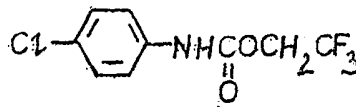
(54) Herbicidní prostředek s přísadou chránící kulturní rostlinu

1

Vynález se týká herbicidního prostředku pyrrolidonového obsahujícího jakožto přísadu chránící kulturní rostliny 2,2,2-trifluorethyl-N-p-chlorfenylkarbamát vzorce

2

Herbicidně účinnou látkou se míní sloučenina, která omezuje nebo modifikuje růst rostlin; to znamená, že ničí rostlinu, zpomaluje její růst, působí ztrátu listů, zasychání rostliny, snižuje rychlost růstu, zabraňuje růstu, stimuluje růst nebo jinak ovlivňuje růst rostlin. Výrazem rostlina se zde vždy míní všechny fyzikální části rostliny, včetně semen, semenáčků, stromků, kořenů, hlíz, stonků, lodyh, listů a plodů. „Růstem rostliny“ se zde vždy míní všechny fáze rostliny od vývoje z klíčícího semene po přirozený nebo navozený konec života rostliny.



Herbicidních prostředků se obecně používá pro kontrolu nebo zničení plevelných rostlin. Herbicidní prostředky jsou obecně obchodně velmi úspěšné, jelikož se zjistilo, že takové omezování růstu plevelných rostlin zvyšuje výtěžek kulturních rostlin a snižuje náklady na sklizeň.

Nejběžnějšími způsoby použití herbicidních prostředků zahrnují vnášení herbicidního prostředku do půdy před zasetím kulturních rostlin, vnášení do brázdy na semena a zahrnutí půdou, ošetření oseté půdy na povrchu před vzejitím semen a ošetření rostlin a půdy po vzejití semen.

Výrobci herbicidních prostředků zpravidla doporučují obor aplikačních dávek a koncentrací používaného herbicidního prostředku, aby se dosáhlo maximálního ničení plevelu. Tyto doporučované dávky se mění od 0,0112 do 56 kg/ha a jsou zpravidla 0,112 až 28 kg/ha. Výrazem „herbicidně účinné množství“ se zde vždy míní množství herbicidně účinné látky, které omezuje nebo modifikuje růst rostlin. Skutečně používané množství herbicidního prostředku závisí na různých podmínkách, včetně citlivosti příslušné rostliny a celkových nákladů.

Nejdůležitějším faktorem, ovlivňujícím použitelnost daného herbicidního prostředku, je jeho selektivita se zřetelem na pěstovanou rostlinu. V některých případech je kulturní rostlina citlivá k působení herbicidního prostředku. Kromě toho jsou určité herbicidně účinné sloučeniny fytotoxické se zřetelem na určité plevelné rostliny, nikoliv však na ostatní plevelné rostliny. Aby byl herbicidní prostředek účinný, musí minimálně poškozovat kulturní rostliny, s výhodou je nemá vůbec poškozovat, za současného maximálního poškozování a ničení plevelných rostlin v kulturní rostlině.

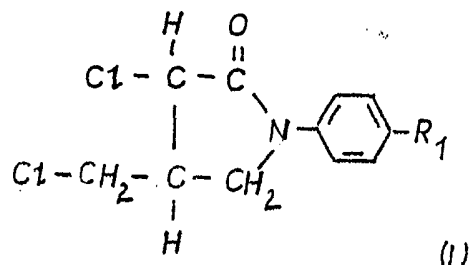
V závislosti na použitém herbicidním prostředku mají pyrrolidonové herbicidně účinné látky jeden ze dvou odlišných vlivů na kulturní a na plevelné rostliny. Jestliže se pyrrolidonová sloučenina zpracuje a používá se ve formě emulgovatelného koncentrátu, způsobuje vybělování kulturní rostliny v časném stadiu jejího růstu. Vybělování je způsobeno ztrátou pigmentace v rostlině a projevuje se žloutnutím listů rostliny.

Jestliže se pyrrolidonová sloučenina formuluje jako mikrokapsle, vybělování rostliny se výrazně snižuje. Snižuje se však také účinnost proti plevelným rostlinám.

K zachování příznivého herbicidního působení, to znamená k dosažení maximálního nepříznivého působení na plevelné rostliny a ke snížení na minimum nepříznivého působení na kulturní rostliny, byly připraveny četné protijedy pro herbicidně působící látky. Tyto protijedy snižují nebo eliminují škodlivé působení herbicidního prostředku na plevelné rostliny; viz například americké patentové spisy číslo 3 959 304, 4 021 224 a 4 031 229 a belgický patentový spis číslo 846 894.

Přesný mechanismus, jak protijed, snižuje nepříznivé působení herbicidně účinné látky na kulturní rostlinu, nebyl dosud vysvětlen. Protijedovou sloučeninou může být lék, interferentní sloučenina, chránič sloučenina nebo antagonistická sloučenina. Zde používaným výrazem „protijed“ se vždy míní sloučenina, která působí na vytvoření herbicidní selektivity, to znamená, že zachovává herbicidní fytotoxicitu se zřetelem na plevelné rostliny a snižuje nebo eliminuje fytotoxicitu se zřetelem na kulturní rostliny. Výrazem „protijedově účinné množství“ se zde vždy míní množství protijedové sloučeniny, které působí proti fytotoxické odezvě kulturní rostliny na herbicidní prostředek.

Vynález se tedy týká dvousložkového herbicidního prostředku s přísadou chránič kulturní rostlinu, který je vyznačený tím, že obsahuje herbicidně účinné množství pyrrolidonové sloučeniny obecného vzorce I



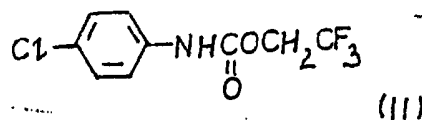
kde znamená

R₁ atom vodíku, atom halogenu nebo trifluormethylovou skupinu a nefytotoxické účinné množství, jakožto protijedu 2,2,2-trifluorethyl-N-p-chlorfenylkarbamátu vzorce II

R₁ atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku včetně, atom chloru nebo trifluormethylovou skupinu a

R₂ alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku včetně, nebo atom vodíku a

b) nefytotoxicky účinné množství, jakožto protijedu 2,2,2-trifluorethyl-N-p-chlorfenylkarbamátu vzorce II



Ve výhodném provedení znamená X v obecném vzorci I atom vodíku, Y atom chloru, R m-trifluormethylovou skupinu, R₁ atom vodíku a R₂ atom vodíku.

Prostředek podle vynálezu se hodí k omezování nežádoucí vegetace za současného

snížení herbicidního působení na kulturní rostliny pyrrolidonové účinné látky. Herbicidní selektivita se projevuje při použití herbicidního prostředku podle vynálezu k ošetřování půdy, semen, semenáčků a rostlin.

Pyrrolidonové sloučeniny podle vynálezu se mohou připravovat způsobem popsáným v americkém patentovém spise č. 4 110 105.

Ttrifluormethyl-p-chlorfenylkarbamát používaný v herbicidním prostředku podle vynálezu se může připravit tímto způsobem:

Smísí se 2,5 g (0,025 molu) 2,2,2-trifluor-ethanolu, 25 ml trichlormethanu, 3,8 g (0,025 molu) p-chlorfenylisokyanátu, 3 kapky triethylaminu a 1 kapka dibutylcindilaurátu,

Tabulka I

Zásobní roztok herbicidně účinné látky

Druh účinné látky	účinná látka mg ⁺	voda ml	aceton ml	používaná dávka ml/mísa ⁺⁺	kg/ha
1-m-trifluormethylfenyl-3-chlor-4-chlor-	781	100	—	2,67	1,4
methyl-2-pyrrolidon	122	20	20	2,73	0,56

⁺hmotnost se měří jako mg prostředku 2E, to znamená 0,24 kg účinné látky v 1 litru herbicidního prostředku

⁺⁺rozměry mísy jsou 151 × 241 mm, přibližně 4 mg/mísa odpovídá 1,12 kg/ha

Ve všech případech se herbicidní prostředek nanáší na povrch půdy po zasetí semen a před vzejitím rostliny, jde tedy o použití herbicidního prostředku před vzejitím. Her-

Tabulka II

Zásobní roztoky protijedů

Složení Protijed ⁺ mg	Aceton ml	Voda ml	Použití ml/mísa	kg/ha	Způsob použití
95	15	—	0,30	1,12	IF ⁺⁺
95	15	—	1,50	5,60	IF
60	20	20	2,67	1,12	PES ⁺⁺⁺
300	20	20	2,67	5,60	PES

⁺protijed technické kvality

⁺⁺vnášení protijedu do brázdy

⁺⁺⁺nanášení protijedu na povrch půdy před vzejitím

Roztoků protijedů se používá buď vnášením do brázdy, nanášením před osetím nebo nanášením na povrch půdy před vzejitím za použití rozprašovače nebo rozprašovací desky.

Pro nanášení do brázdy se odejme vzorek půdy o objemu 473 cm³ obsahující již předem vnesený herbicidní prostředek; po vyrovnaní půdy a vytvoření brázdy se zasijí semena kulturních rostlin a plevelných rostlin do hloubky 1,27 cm. Mísa se rozdělí na

směs se míchá při teplotě místnosti po dobu 15 minut, vaří se pod zpětným chladičem po dobu dvou hodin, ochladí se a odpaří se. Výtěžkem je 6,1 g 2,2,2-trifluorethyl-p-chlorfenylkarbamátu o teplotě tání 54 až 57 °C. Struktura sloučeniny potvrzena infračervenou spektroskopií.

Pro zkoušení herbicidního prostředku podle vynálezu se připraví zásobní roztok pyrrolidonové účinné látky zředěním žádaného množství herbicidně účinné látky vodou nebo ve směsi acetonu a vody. Příklady složení roztoku a používaných dávek jsou uvedeny v tabulce I.

bicidní prostředek se nanáší na půdu buď ve formě tankové směsi s protijedem, nebo samotný po ošetření půdy před vzejitím, nebo se používá před zasetím nebo se protijed nanáší do brázdy.

Zásobní roztoky shora definovaných protijedů se připravují v žádaných koncentracích zředěním potřebného množství acetonem nebo směsí acetonu a vody. Příklady složení roztoků, dávek a způsobů použití jsou v následující tabulce II.

dvě části dřevěnou přepážkou. Zásobní roztok protijedu se nastříká přímo na semena a na půdu brázdy. Semena se pak pokryjí předem odstraněnou půdou. Protijedem neošetřená část mísy se pak porovnává s ošetřenou částí a posuzuje se pohyb protijedu do stran půdou.

V dalších zkouškách se protijed vnáší do půdy před zasetím semen. Takové ošetření se označuje jako ošetření před zasetím. Zásobní roztoky protijedu se vstříkují do půdy z tanků, ve kterých se podíly složek mísí k dosažení žádaných dávek. Půda, ošetřená protijedem, se vnáší do mísy, urovná se a vytvoří se brázdy o hloubce 1,27 mm. Za-

seje se dostatečný počet semen pro získání dostatečného počtu hodnot pro každé ošetření. Semena se pak pokryjí půdou ošetřenou protijedem.

Kontrolní mísy, obsahující kulturní rostliny, ošetřené toliko herbicidním prostředkem, se spolu s ostatními mísami, ošetřenými také protijedem, vnesou do skleníku, kde se udržuje teplota 21,1 až 32,2 °C. Mísy se zavilhčují postřikováním podle potřeby k zajištění dobrého růstu rostlin.

Při všech zkouškách se vždy používá prachovopísčité půdy ošetřené 50 ppm vždy obchodně dostupného fungicidu N-[(tri-chlor-methyl)thio]-4-cyklohexen, 1,2-dikarboximidu a hnojiva 18-18-18, které obsahuje vždy hmotnostně 18 % dusíku, 18 % oxidu fosforečného a 18 % oxidu draselného.

Poškození rostlin se posuzuje vždy 4 týdny po aplikaci protijedu. Účinnost protijedu se stanoví vizuálním pozorováním poškození kulturních rostlin, ke kterému dochází ve zkušebních mísách ve srovnání s neošetřenými rostlinami.

Jako kulturních rostlin se při zkouškách používá prosa, pšenice, bavlníku, rýže, ječmene, kukuřice a sóji. Posuzuje se také vliv zkoušených chemikálií na plevelné rostliny ze souboru zahrnujícího ježatku kuří nohu (*Echinochloa crusgalli*), bér zelený (*Setaria viridis*) a hořčici (*Brassica* spp.).

Vysvětlivky k tabulce III a IV:

IF vnášení protijedu do brázdy (půda se pak ošetřuje jen herbicidně účinnou látkou)

PES nanášení herbicidně účinné látky nebo protijedu na povrch půdy před vzejitím

TM v tanku namíchaný roztok herbicidně účinné látky a protijedu.

Pokud se nepoužije žádného protijedu, je v příslušném sloupci uvedena „0“. Hodnoty v takové řádce ukazují procentové poškození rostlin kulturních při ošetření samotným herbicidem použitým v uvedené dávce.

Dávky jak herbicidně účinné látky, tak protijedu se udávají v kg/ha.

Poškození kulturních rostlin (tabulka III) nebo plevelných rostlin (tabulka IV) se uvádí jako procentové poškození rostliny ve srovnání s hodnocením neošetřené rostliny. Poškození je dáno počtem poškozených rostlin a mírou poškození každé rostliny. Toto hodnocení se provádí 4 týdny po ošetření samotným herbicidem a herbicidem ve spojení s protijedem.

Křížek (+) v tabulkách znamená, že je protijed účinný při snižování herbicidního poškození kulturní rostliny.

Tabulka IV ukazuje, že zkoušený protijed nemá žádného vlivu na plevelné rostliny, to znamená, že působení herbicidně účinné látky zůstává zachováno i v přítomnosti protijedu.

Tabulka III

Protijedová účinnost 2,2-trifluorethyl-N-p-chlorfenylkarbamátu

Herbicidně účinná látka složení	dávka	Protijed dávka	způsob použití	Proso	pšenice	Bavlník	Rýže procentové poškození	ječmen	Kukuřice	Sója
1-m-trifluor- methylfenyl- -3-chlor-4- -chloromethyl-2- -pyrrolidon	1,40	0	—		100	70	100	100		
	1,40	5,60	IF		+35	+60	+85	+70		
	1,12	0	—	85	80		85			
	1,12	5,60	PES	+20	+10		+0			
	0,56	0	—	90					75	65
	0,56	5,60	IF	+65					+65	65
	1,40	0	—		90	65	98	100		
	1,40	5,60	IF		+35	+50	+55	+90		
	0,56	0	—	65					65	60
	0,56	0,56	IF	+55					65	60
	1,12	0	—		100	55	100	100		
	1,12	5,60	IF		100	+40	100	100		
1-m-trifluor- methylfenyl- -3-chlor-4- -chloromethyl-2- -pyrrolidon	0,56	0	—	100					85	100
	0,56	5,6	IF	100					+65	100
	1,12	0	—		100	55	100	100		
	1,12	5,60	IF		100	+45	100	100		
	0,56	0	—	100					85	90
	0,56	5,60	—	100					+60	100
	0,56	0	IF		10					
	0,56	1,12	IF		10					
	0,56	2,24	IF		+0					
	0,56	5,60	IF		+0					
	0,56	0	—		10					
	0,56	1,12	PES/TM		+0					
	0,56	2,24	PES/TM		+0					
	0,56	5,60	PES/TM		+0					

Herbicidně účinná látka složení	dávka	Protijed dávka	způsob použití	Proso	Pšenice	Bavlník	Rýže procentové poškození	Ječmen	Kukuřice	Sója
1-m-trifluor- methylfenyl- -3-chlor-4- -chlormethyl-2- -pyrrolidon	1,12	0	—		35					
	1,12	1,12	PES/TM		+10					
	1,12	2,24	PES/TM		+10					
	1,12	5,60	PES/TM		+0					
	2,24	0	—		65					
	2,24	1,12	IF		65					
	2,24	2,24	IF		65					
	2,24	5,60	IF		+40					
	2,24	0			65					
	2,24	1,12	PES/TM		+30					
	2,24	2,24	PES/TM		+30					
	2,24	5,60	PES/TM		+30					
	0,84	0	—		20					
1-m-trifluor- methylfenyl- -3-chlor-4- -chlormethyl-2- -pyrrolidon	0,84	1,12	IF		+10					
	0,84	2,24	IF		+0					
	0,84	5,60	IF		+0					
	0,84	0	—		20					
	0,84	1,12	PES/TM		+0					
	0,84	2,24	PES/TM		+0					
	0,84	5,60	PES/TM		+0					
	1,12	0	—		35					
	1,12	1,12	IF		+25					
	1,12	2,24	IF		+25					
	1,12	5,60	IF		+20					

Tabulka IV

Herbicidní účinnost

Protijed: 2,2,2-Trifluorethyl-N-p-chlorfenylkarbamát

Herbicidně účinná látka	Protijed			Hořčice	Ježatka	Bér
složení	dávka	dávka	použití způsob	kuří noha procentové poškození		
1-m-trifluor- metylfenyl-1- 3-chlor- 4-chlormethyl- 2-pyrrolidon	0,56	0	—	80	90	100
	0,56	1,12	IF	80	90	100
	0,56	2,24	IF	80	90	100
	0,56	5,60	IF	80	90	100
	0,56	0	—	80	90	100
	0,56	1,12	PES/TM	80	80	100
	0,56	2,24	PES/TM	80	90	100
	0,56	5,60	PES/TM	80	80	100
	0,84	0	—	85	100	100
	0,84	1,12	IF	85	100	100
	0,84	2,24	IF	85	100	100
	0,84	5,60	IF	85	100	100
	0,84	0	—	85	100	100
	0,84	1,12	PES/TM	85	100	100
	0,84	2,24	PES/TM	85	100	100
1-m-trifluor- methylfenyl- 3-chlor- 4-chlormethyl- 2-pyrrolidon	0,84	5,60	PES/TM	85	100	100
	1,12	—	—	100	100	100
	1,12	1,12	IF	100	100	100
	1,12	2,24	IF	100	100	100
	1,12	5,60	IF	100	100	100
	1,12	0	—	100	100	100
	1,12	1,12	PES/TM	100	100	100
	1,12	2,24	PES/TM	100	100	100
	1,12	5,60	PES/TM	100	100	100
	2,24	0	—	100	100	100
	2,24	1,12	IF	100	100	100
	2,24	2,24	IF	100	100	100
	2,24	5,60	IF	100	100	100
	2,24	0	—	100	100	100
	2,24	1,12	PES/TM	100	100	100
2,24	2,24	PES/TM	100	100	100	
2,24	5,60	PES/TM	100	100	100	

Z provedených zkoušek vyplývá, že prostředky obsahující pyrrolidonové herbicidně účinné látky a zkoušený protijed jsou účinné pro potírání plevelů a pro snížení herbicidního působení a škodlivého působení na široký obzor kulturních rostlin. Použité protijedy nesnižují herbicidní působení na plevelné rostliny.

Účinné látky se zpracovávají na formu, která je vhodná k přímému použití k ošetřování kulturních a plevelných rostlin. Přitom může být účinnou látkou samotný protijed nebo směs herbicidně účinné látky a protijedu. Účelem ošetřovacího prostředku je nanést účinné látky na místo, kde je jich zapotřebí k dosažení herbicidní selektivity běžnými způsoby. Tímto místem se rozumí vždy půda, semena, semenáčky a rostliny.

Prostředky zahrnují běžné prášky, smáčitelné prášky, granule, roztoky a emulgovatelné koncentráty.

Prášky se míní volně tekoucí práškovité prostředky obsahující účinnou látku nanesenou na nosič ve formě částic. Velikost částic nosiče je zpravidla přibližně 30 až

50 mikrometrů. Jakožto příklady vhodných nosičů se uvádějí mastek, bentonit, křemelina a pryrofyllit. Prostředek obsahuje zpravidla 50 % účinných látek. Mohou se přidávat také přísady proti spékání a proti vzniku statické elektřiny. Prášky se mohou nanášet ramenovou nebo ruční stříkačkou nebo z letadla.

Prášky smáčitelnými jsou jemně rozptýlené prostředky obsahující nosič ve formě částic s nanesenými účinnými látkami a případně alespoň jednu povrchově aktivní látku. Povrchově aktivní látka umožňuje rychlé dispergování prášku ve vodném prostředí za vzniku stálých, stříkatelných suspenzí. Může se použít nejrůznějších povrchově aktivních látek, jako jsou například mastné alkoholy s dlouhým řetězcem a soli alkalicích kovů sulfatovaných mastných alkoholů, soli sulfonových kyselin, estery mastných kyselin s dlouhým řetězcem, několika mocných alkoholů s volnými alkoholickými skupinami, omegasubstitované polyethylen-glykoly s poměrně dlouhým řetězcem. Pře-

hled povrchově aktivních látek, vhodných pro použití v zemědělských prostředcích, je uveden v publikaci Wade Van Valkenburg, Pesticide Formulation (Pesticidní prostředky) (Marcel Dekker, Inc., N. Y., 1937) str. 79 až 84.

Granule obsahují účinnou látku nanesenou na inertním nosiči, který je ve formě částic, které mají průměr 1 až 2 mm. Granule se mohou vyrábět nastříkáváním roztoku účinných látek v tekavém rozpouštědle na granulovaný nosič. Jakožto příklady vhodných nosičů pro výrobu granulí se uvádějí hlínka, vermikulit, dřevěné piliny a granulovaný uhlík.

Emulgovatelné koncentráty jsou olejové roztoky účinné látky a emulgátoru. Před použitím se koncentrát ředí vodou za vzniku suspendované emulze olejovitých kapek. Používanými emulgátory jsou zpravidla směsi aniontových a neiontových povrchově aktivních látek. Emulgovatelné koncentráty mohou také obsahovat další přísady, jako jsou suspendační prostředky a zahušťovadla.

Jestliže se jako účinné látky používá protijedu a herbicidně účinné látky, pak podíl protijedu k herbicidně účinné látce je obecně přibližně 0,001 až 30 hmotnostních dílů protijedu na hmotnostní díl herbicidně účinné látky.

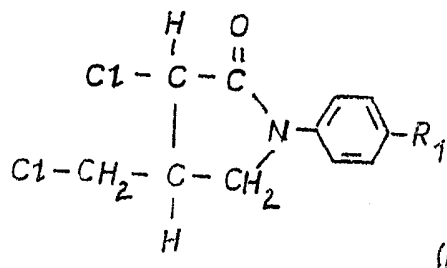
Prostředky obsahují obecně některé přísady vedle účinných látek a nosičů. Jsou to například inertní látky, ředidla, organická rozpouštědla, voda, olej a voda, emulze vody v oleji, nosiče prášku a granulí a povrchově aktivní smáčedla, dispergační látky a emulgátory. Prostředky mohou také obsahovat hnojiva, například dusičnan amonný, močovinu a superfosfát. Mohou obsahovat také látky podporující zakořenění a růst, například kompost, hnůj, humus a písek.

Sloučeniny s funkcí protijedu a herbicidně účinné látky a prostředky obsahující protijedy podle vynálezu se také mohou používat k ošetření kulturních rostlin jejich přidáváním do závlivkové vody používané pro ošetřovaný pozemek. Tento způsob umožňuje pronikání účinných látek do půdy absorbující závlivkovou vodu.

Účinné látky se také mohou nanášet na půdu ve formě roztoku ve vhodném rozpouštědle. Běžně používanými rozpouštědly pro tento účel jsou petrolej, palivový olej, xylén, ropné frakce o teplotě varu vyšší, než je teplota varu xylenu a aromatické ropné frakce, bohaté methylovanými naftaleny. Kapalně roztoky, stejně tak jako prášky se mohou nanášet stříkáním ramenovou nebo ruční stříkačkou, nebo z letadel.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

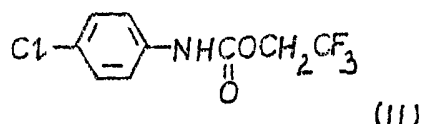
1. Herbicidní prostředek s přísadou chránící kulturní rostlinu, vyznačený tím, že obsahuje herbicidně účinné množství pyrrolidonové sloučeniny obecného vzorce I



kde znamená

R₁ atom vodíku, atom halogenu nebo trifluormethylovou skupinu, a nefytotoxický

protijedově účinné množství sloučeniny vzorce II



přičemž hmotnostní poměr protijedově účinné látky vzorce II k pyrrolidonové sloučenině obecného vzorce I je 0,001 : 1 až 30 : 1.

2. Herbicidní prostředek s přísadou chránící kulturní rostlinu podle bodu 1, vyznačený tím, že pyrrolidonová sloučenina je zpracována na formu emulgovatelného koncentrátu.

3. Herbicidní prostředek s přísadou chránící kulturní rostlinu podle bodu 1 vyznačený tím, že pyrrolidonová sloučenina je zpracována na formu kapslí.