

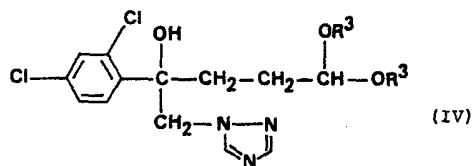
POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 43/653

(40) Zveřejněno 14 03 89
(45) Vydáno 13 09 90

RHONE-POULENC AGROCHIMIE, LYON (FR)

Fungicidní prostředek a způsob výroby účinných látek

CCOC1CCC(C1)(CN2C=NC=N2)c3cc(Cl)cc(Cl)c3 (I)

1. chlorované nebo nitrované deriváty benzenu, jako quintozen nebo chlorothalonil,
2. dikarboxamidové deriváty, jako captan, folpet, captafol, iprodion nebo procymidon,
3. deriváty obsahující jeden nebo několik heterocyklických kruhů, jako chinoliny (ethoxyquin), morfoliny (dodemorph, tridemorph, fenpropimorph) a piperidiny (fenpropidin),

4. deriváty kyseliny fosforité, jako fosforitany kovů, jako phosethyl-Al a samotnou fosforitou kyselinu,
5. deriváty dithiokarbamové kyseliny, jako maneb, mancozeb nebo zineb,
6. deriváty fenolu, jako dinocap nebo binapacryl,
7. deriváty chinonu, jako dithianon nebo chloranil,
8. deriváty karbamové kyseliny a benzimidazolu, jako carbendazim, benomyl a thiophanate-methyl,
9. sirné deriváty, jako dazomet nebo etridiazol, nebo samotnou síru,
10. aminy a amidy, jako dichloran, carboxin, triforin, cymoxanil, metalaxyl a ofurace,
11. diaziny, jako quinomethionat, fenarimol, anilazin, nuarimol, bupirimat, ethylrimol a pyrazophos,
12. sulfamidy, jako dichlofluanid a tolylfluanid,
13. guanidiny, jako doguadin,
14. triazoly, například sloučeniny popsané v britském patentovém spisu č. 2 046 260, jako diniconazol nebo jiné známé triazoly, propiconazol, triadimephon, triadimenol, diclobutrazol, bitertanol, penconazol a flutriafol,
15. imidazoly, jako prochloraz nebo imazalil,
16. kyanbenzimidazoly, jako látky popsané ve francouzském patentovém spisu č. 2 521 141 a
17. měď nebo organické či anorganické deriváty mědi.

Účinné látky ze skupiny II jsou známými účinnými látkami, z nichž většina je popsána v odborných pracích, jako je "The Pesticide Manual" (The British Crop Protection Council, 7. vydání, 1983).

Shora uvedené kombinace jsou většinou binárního typu (jedna účinná látka ze skupiny II), v některých případech se však používají i ternární kombinace (dvě účinné látky ze skupiny II) nebo kombinace kvarternární (tři účinné látky ze skupiny II).

Z těchto známých účinných látek se dává přednost preparátům z podskupin 1, 2, 4, 5, 6, 7, 8, 9 a 17.

Výhodnými účinnými látkami ze skupiny II jsou rovněž následující preparáty: chlorothalonil, iprodion, fenpropimorph, tridemorph, fenpropidin, dinocap, diathianon, menab, mancozeb, zineb, phosethyl-Al, cymoxanil, nuarimol, captan, carbendazim, captafol, síra, měď a deriváty mědi, jako oxychlorid mědi nebo chinolát mědi.

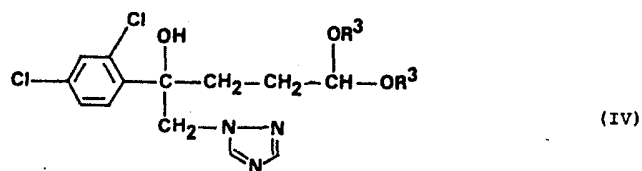
Chemické názvy shora uvedených preparátů jsou shrnuty do následujícího přehledu:

chlorothalonil	tetrachlorisofthalonitril
iprodion	3-(3,5-dichlorfenyl)-N-isopropyl-2,4-dioxoimidazolidin-1-karboxamid
fenpropimorph	(+)-cis-4-[3-(4-terc.butylfenyl)-2-methylpropyl]-2,6-dimethylmorfolin

tridemorph	2,6-dimethyl-4-tridecylmorfolin
fenpropidin	1-[3-(p-terc.butylfenyl)-2-methylpropyl]piperidin
dinocap	2-(1-methylheptyl)-4,6-dinitrofenyl-krotonát
dithianon	5,10-dihydro-5,10-dioxonafto-[2,3-b]-1,4-dithiaanthrachinon
maneb	ethylenbis(dithiokarbamat)manganatý
mancozeb	komplex soli zinku s preparátem maneb
zineb	ethylenbis(dithiokarbamat)zinečnatý
phosethyl-Al	tris-O-ethylfosfonát hlinitý
captan	N-(trichlormethylthio)cyklohex-4-en-1,2-dikarboximid
carbendazim	methyl-benzimidazol-2-ylkarbamát
captafol	N-(1,1,2,2-tetrachlorethylthio)cyklohex-4-en-1,2-dikarboximid
cymoxanil	2-kyan-N-[(ethylamino)karbonyl]-2-(methoxyimino)acetamid
nuarimol	alfa-(2-chlorfenyl)-alfa-(4-fluorfenyl)-5-pyrimidinmethanol
diniconazol	1-(2,4-dichlorfenyl)-4,4-dimethyl-2-(1,2,4-triazol-1-yl)-1-penten-2-on (tento produkt je popsán v již zmíněném britském patentovém spisu č. 2 046 260).

Hmotnostní poměr sloučeniny podle vynálezu k účinné látce z výše definované skupiny II se s výhodou pohybuje mezi 0,000 3 a 3 000, zejména pak mezi 0,001 a 1 000.

Předmětem vynálezu je rovněž způsob výroby účinné látky shora uvedeného vzorce I, který se vyznačuje tím, že se trifluorethanol ($\text{CF}_3\text{-CH}_2\text{OH}$) nechá reagovat se sloučeninou obecného vzorce IV



ve kterém

R^3 znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo oba symboly R^3 společně tvoří alkylenový zbytek se 2 nebo 3 atomy uhlíku,

v přítomnosti kyselého katalyzátoru.

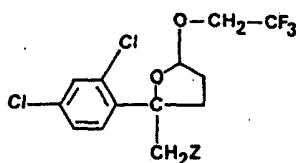
Kyselým katalyzátorem používaným k této reakci může být protická nebo aprotická kyselina. Jako vhodné protické kyseliny je možno uvést kyselinu chlorovodíkovou, kyselinu sírovou, kyselinu trifluoroctovou, kyselinu chloristou, kyselinu benzensulfonovou, kyselinu toluensulfonovou nebo kyselinu methansulfonovou. Jako vhodné aprotické kyseliny lze jmenovat Lewisovy kyseliny, jako bortrifluorid, chlorid hlinitý a chlorid cínčitý. Při použití

kyseliny chlorovodíkové jako katalyzátoru lze tuto kyselinu připravit in situ, například za pomoci acylchloridu, zejména acetylchloridu, který reaguje s přítomným alkoholem za vývoje chlorovodíku.

Reakce se obvykle uskutečňuje pouhým záhřevem reakčních složek. Teplota se obecně pohybuje od 50 °C do teploty varu reakční směsi. Jako rozpouštědlo obvykle slouží trifluorethanol přítomný v reakční směsi, je však možno použít i inertní pomocné rozpouštědlo, zejména alifatický, alicyklický nebo aromatický uhlovodík, popřípadě haloegenovaný, nebo ether.

Sloučeniny obecného vzorce IV lze získat o sobě známými postupy.

₁₀ Alternativně je možno sloučeninu vzorce I připravit tak, že se sloučenina obecného vzorce II



(II)

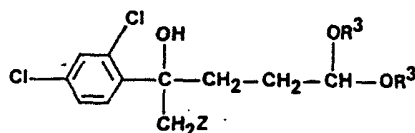
ve kterém

Z znamená atom chloru nebo bromu,

nechá reagovať s derivátom triazolu s alkalickým kovom, napríklad so sodnou alebo draselnou soľou, alebo s kvartérnym amoniovým či fosfoniovým derivátom triazolu.

Reakce se obvykle provádí v polárním aprotickém rozpouštědle a lze ji rovněž katalyzovat, například přidáním jodidu alkalického kovu. Reakční teplota se obecně pohybuje mezi 50 a 250 °C, s výhodou mezi 70 a 230 °C. Z ekonomických důvodů se nejčastěji pracuje s celkovými koncentracemi reakčních složek mezi 1 a 50 %.

Sloučeniny obecného vzorce II je možno připravit reakcí trifluorethanolu se sloučeninou obecného vzorce III



(III)

kde

$Z \text{ a } R^3$ mají shora uvedený význam,

v přítomnosti kyselého katalyzátoru.

Výše zmíněné kombinace sloučenin podle vynálezu s jedním nebo několika fungicidy ze skupiny II, které budou v následujícím textu pro zjednodušení označovány jako "kombinace podle vynálezu", se připravují jednoduchým smísením příslušných komponent.

Sloučeniny a kombinace podle vynálezu je možno používat jak k preventivnímu, tak ke kurativnímu potírání hub, zejména z třídy Basidiomycetes, Ascomycetes, Adelomycetes nebo Fungi imperfecti, zejména rzí, padlí, kořenových hnilob, fusarios, helminthosporios, septorios a chorob kořenů vyvolávaných houbami rodu Rhizoctonia na zelenině a na rostlinách obecně,

zejména pak k potírání houbových chorob obilovin, jako jsou pšenice, ječmen, žito, oves a jejich hybridy, jakož i rýže a kukuřice.

Sloučeniny podle vynálezu jsou účinné zejména proti houbám uvedeným v evropské přihlášce vynálezu č. 151 084 a dále jsou rovněž účinné proti následujícím houbám:

Acrostalagmus koningi,
Alternaria (alternariová skvrnitost),
Colletotrichum (antraknóza),
Corticium rolfsii,
Diplodia natalensis (diplodiové trouchnivění),
Gaeumannomyces graminis,
Gibberella fujikuroi (fusariocsa),
Hormodendron cladosporioides,
Lentinus degener nebo tigrinus,
Lenzites quercina,
Memmoniella echinata,
Myrothecium verrucaria,
Paecilomyces varioti,
Pellicularia sasakii,
Phellinus megaloporus (ohňovec),
Polystictus sanguineus,
Poria vaporaria,
Sclerotium rolfsii (sklerociová hniloba),
Stachybotris atra,
Stereum (stříbřitost),
Stilbum sp.,
Trametes trabea,
Trichoderma pseudokoningi (hniloba stébel) a
Trichothecium roseum (hořká hniloba).

Sloučeniny a kombinace podle vynálezu jsou zvláště zajímavé vzhledem ke svému širokému spektru účinku pokud jde o choroby obilovin (padlí, rez, kořenová hniloba, helminthosporiosy, septoriosy a zejména fusariosy, které se těžko potírají). Zvláště zajímavá je rovněž účinnost shora uvedených sloučenin a kombinací proti plísni šedé (Botrytis) a proti cerkosporiosám, v důsledku čehož lze tyto látky a kombinace aplikovat na širokou paletu užitkových rostlin, jako jsou vinná réva, užitkové zahradní plodiny, ovocné stromy a tropické užitkové rostliny, jako jsou podzemnice olejná, banánová palma, kávovník, datlová palma, kokosová palma, ořechovec pekan apod.

Sloučeniny a kombinace podle vynálezu vykazují vynikající selektivitu pro užitkové rostliny.

Kromě účinnosti popsané výše vykazují sloučeniny a kombinace podle vynálezu rovněž vynikající biocidní aktivitu proti četným jiným druhům mikroorganismů, z nichž je možno, bez jakéhokoli omezování pouze na vyjmenované případy, jmenovat houby, jako například houby rodů

Pullularia, jako je druh *P. pullulans*,
Chaetomium, jako je druh *C. globosum*,
Aspergillus, jako je druh *Aspergillus niger* a
Coniophora, jako je druh *C. puteana*.

V důsledku jejich biocidní účinnosti je možno sloučeniny a kombinace podle vynálezu používat k účinnému potírání mikroorganismů, jejichž proliferace způsobuje v zemědělství a průmyslu četné problémy. Zmíněné produkty jsou tedy zvláště vhodné k ochraně rostlin nebo

průmyslových produktů, jako dřeva, kůže, nátěrových hmot, papíru, provazů a lan, plastických hmot, jakož i průmyslových vod.

Zmíněné sloučeniny a kombinace jsou zvláště vhodné k ochraně lignocelulózových produktů, zvláště pak dřeva, jako nábytkářského dřeva, stavebního dřeva nebo dřeva vystaveného povětrnostním vlivům, jako jsou dřevěné ohrady a ploty, jako je stavební dřevo, podpěry k vinné révě nebo železniční pražce.

Prostředky nebo kombinace podle vynálezu, které se k ošetřování dřeva používají buď jako takové nebo ve formě shora definovaných prostředků, je možno popřípadě kombinovat s jednou nebo několika známými biocidními látkami, jako je pentachlorfenol, soli kovů, zejména mědi, manganu, kobaltu, chromu nebo zinku, odvozené od anorganických kyselin nebo karboxylových kyselin (heptanové, oktanové nebo naftenové kyseliny), organické sloučeniny cínu a merkaptobenzthiazol.

Popisované účinné preparáty se obecně aplikují v dávkách od 0,005 do 5 kg/ha, s výhodou od 0,01 do 5 kg/ha, zejména od 0,05 a zvláště pak od 0,1 do 2 kg/ha.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s iprodionem je zvláště vhodné k potírání chorob obilovin a semen, jako jsou choroby listů.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s fenpropidinem je zvláště vhodné k potírání chorob obilovin a semen, jako jsou choroby listů.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s fenpropimorfem je zvláště vhodné k potírání chorob obilovin a řepy.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu s tridemorphem je zvláště zajímavé pro potírání chorob obilovin.

Je pochopitelně možno pro shora uvedené účely používat i ternární nebo kvartérární směsi obsahující výše zmíněné sloučeniny.

Tak je zvláště vhodná ternární směs obsahující fenpropimorph, iprodion a sloučeninu podle vynálezu nebo tridemorph, iprodion a sloučeninu podle vynálezu.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s manebem je zvláště vhodné pro potírání chorob zeleniny, ovocných stromů, drobného ovoce a vinné révy.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s mancozebem je zvláště vhodné pro potírání chorob zeleniny, ovocných stromů, drobného ovoce a vinné révy.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci se zinebem je zvláště vhodné pro potírání chorob zeleniny, ovocných stromů, drobného ovoce a vinné révy.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci se sírou je zvláště vhodné pro potírání chorob zeleniny, ovocných stromů, drobného ovoce a vinné révy.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s dinocapem je zvláště vhodné pro potírání chorob zeleniny, ovocných stromů, drobného ovoce a vinné révy.

Pro shora uvedené účely je pochopitelně možno používat i ternární nebo kvartérární směsi obsahující shora zmíněné sloučeniny.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s carbendazimem je zvláště vhodné pro potírání chorob ovocných stromů a drobného ovoce, zeleniny a obilovin.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s captafolem je zvlášť vhodné pro potírání chorob obilovin, ovocných stromů a drobného ovoce a brambor.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s captanem je zvlášť vhodné pro potírání chorob obilovin, ovocných stromů a drobného ovoce.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s dithianonem je zvlášť vhodné pro potírání chorob ovocných stromů a drobného ovoce.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s mancozebem je zvlášť vhodné pro potírání chorob ovocných stromů a drobného ovoce.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s mědí je zvlášť vhodné pro potírání chorob ovocných stromů a drobného ovoce.

Pro shora uvedené aplikace je pochopitelně možno použít i ternární nebo kvartérternární směsi obsahující shora zmíněné sloučeniny.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s chlorthalonilem je zvlášť vhodné pro potírání chorob zeleniny, obilovin, řepy a brambor.

Použití alespoň jedné sloučeniny podle vynálezu v kombinaci s diniconazolem je zvlášť zajímavé pro potírání prашné sněti na obilovinách, zejména prашné sněti na ječmeni a pšenici (Ustilago nuda).

V praxi se sloučeniny a kombinace podle vynálezu zřídka používají samotné, ale nejčastěji tvoří součást příslušných prostředků, které jsou předmětem vynálezu. Tyto prostředky, které je možno používat k ochraně rostlin proti houbovým chorobám nebo k regulování růstu rostlin, obsahují jako účinnou složku sloučeninu podle vynálezu, jak je popsána výše, v kombinaci s pevným nebo kapalným, zemědělsky přijatelným nosičem nebo/a povrchově aktivním činidlem, které je rovněž zemědělsky přijatelné. Používají se zejména obvyklé inertní nosiče a obvyklá povrchově aktivní činidla.

Výrazem "nosič" se v tomto textu míní organický nebo anorganický, přírodní nebo syntetický materiál, s nímž se účinná složka kombinuje k usnadnění své aplikace na rostliny, semena nebo půdu. Tento nosič je tedy obecně inertní a musí být přijatelný v zemědělství, zejména pro ošetřované rostliny. Nosič může být pevný (hlíny, přírodní nebo syntetické silikáty, oxid křemičitý, pryskyřice, vosky, pevná minerální hnojiva apod.) nebo kapalný (voda, alkoholy, ketony, ropné frakce, aromatické nebo parafinické uhlovodíky, chlorované uhlovodíky, zkapalněné plyny apod.).

Povrchově aktivním činidlem může být emulgátor, dispergátor nebo smáčedlo ionogenního nebo neionogenního typu. Jako příklady vhodných činidel lze uvést soli polyakrylových kyselin, soli lignosulfonových kyselin, soli fenolsulfonových a naftalensulfonových kyselin, polykondenzáty ethylenoxidu s mastnými alkoholy, mastnými kyselinami nebo aminy mastné řady, substituované fenoly (zejména alkylfenoly nebo arylfenoly), soli esterů sulfojantarových kyselin, deriváty taurinu (zejména alkyltauráty) a estery kyseliny fosforečné s alkoholy nebo s kondenzačními produkty ethylenoxidu s fenoly. Přítomnost alespoň jednoho povrchově aktivního činidla má obecně zásadní význam v případě, že účinná látka nebo/a inertní nosič jsou nerozpustné ve vodě, přičemž základním nosným prostředím pro aplikační formu je právě voda.

K aplikačním účelům se tedy sloučeniny podle vynálezu a kombinace podle vynálezu obecně používají ve formě prostředků, jež jsou předmětem vynálezu. Tyto prostředky mohou mít velmi odlišné pevné nebo kapalné formy.

Jako pevné formy prostředků podle vynálezu je možno uvést práškové prostředky pro aplikaci

poprašování nebo pohazování (v nichž se koncentrace účinné látky může pohybovat až do 100 %) a granuláty, zejména pak granuláty vyráběné vytlačováním, lisováním, impregnací granulovaného nosiče nebo granulováním prášků (obsah účinné látky v těchto granulátech se v posledně zmíněných případech pohybuje mezi 1 a 80 %).

Jako formy kapalných prostředků, jež se zpracovávají na kapalně aplikační preparáty, je možno uvést roztoky, zejména ve vodě rozpustné koncentráty, emulgovatelné koncentráty, emulze, suspenzní koncentráty, aerosoly, smáčitelné prášky (nebo stříkáci prášky) a pasty.

Tyto prostředky mohou rovněž obsahovat všechny druhy dalších pomocných látek, jako jsou například ochranné koloidy, adhesiva, thixotropní činidla, penetrační činidla, stabilizátory, komplexotvorná činidla apod., jakož i jiné známé účinné látky s pesticidními vlastnostmi (zejména insekticidy nebo fungicidy), látky napomáhající růstu rostlin (zejména hnojiva) nebo látky působící jako regulátory růstu rostlin. Obecně je možno sloučeniny podle vynálezu kombinovat se všemi pevnými nebo kapalnými přísadami, jak to odpovídá běžným technikám používaným při výrobě obdobných prostředků.

Používané dávkování při aplikaci sloučenin a kombinací podle vynálezu jako fungicidů se může měnit v širokých mezích a závisí zejména na rozsahu a závažnosti napadení houbou a na povětrnostních podmínkách.

Za velmi vhodné se obecně považují prostředky obsahující 0,5 až 5 000 ppm účinné látky. Tyto hodnoty platí pro prostředky vhodné k přímé aplikaci. Rozmezí 0,5 až 5 000 ppm odpovídá rozmezí 5×10^{-5} až 0,5 % hmotnostního.

Prostředky určené ke skladování a přepravě účelněji obsahují od 0,5 do 95 % hmotnostních účinné látky.

Prostředky podle vynálezu, vhodné pro použití v zemědělství, mohou tedy obsahovat účinné látky podle vynálezu v širokém koncentračním rozmezí pohybujícím se od 5×10^{-5} do 95 % hmotnostních.

Obecně platí, že prostředky podle vynálezu obvykle obsahují zhruba 0,05 až 95 % hmotnostních účinných látek podle vynálezu (sloučenina vzorce I a látky ze skupiny II), cca 1 až 95 % jednoho nebo několika pevných či kapalných nosičů a popřípadě 0,1 až 50 %, s výhodou cca 5 až 40 % jednoho nebo několika povrchově aktivních činidel.

Emulgovatelné nebo rozpustné koncentráty nejčastěji obsahují 10 až 80 % účinné látky, zatímco emulze či roztoky vhodné k přímé aplikaci obsahují 0,01 až 20 % účinné látky. Kromě rozpouštědla mohou emulgovatelné koncentráty v případě potřeby obsahovat 2 až 20 % vhodných přísad, jako shora zmíněných stabilizátorů, povrchově aktivních činidel, penetračních činidel, inhibitorů koroze, barviv nebo adhesiv.

Jako příklady se v následující části uvádějí složení několika koncentrátů.

P ř í k l a d F1

účinná látka	400 g/litr
dodecylbenzensulfonát alkalického kovu	24 g/litr
kondenzační produkt nonylfenolu s 10 mol ethylenoxidu	16 g/litr
cyklohexanon	200 g/litr
aromatické rozpouštědlo do	1 litru

P ř í k l a d F2

účinná látka	250 g
epoxidovaný rostlinný olej	25 g
směs alkylarylsulfonátu, mastných alkoholů a polyglykoetheru	100 g
dimethylformamid	50 g
xylén	575 g

Za použití těchto koncentrátů je možno po zředění vodou získat emulze o libovolné žádané koncentraci, které jsou zvláště vhodné k aplikaci na list.

Suspenzní koncentráty, které lze rovněž aplikovat postřikem, se připravují tak, aby vznikl stabilní tekutý produkt nevytvářející usazeniny, a obvykle obsahují od 10 do 75 % účinné složky, od 0,5 do 15 % povrchově aktivních činidel, od 0,1 do 10 % thixotropních činidel a od 0 do 10 % vhodných přísad, jako protipěnových přísad, inhibitorů koroze, stabilizátorů, penetračních činidel a adheziv, a jako nosič vodu nebo organickou kapalinu, v níž je účinná látka jen málo rozpustná nebo vůbec nerozpustná. Ve zmíněném nosiči mohou být rozpuštěny organické pevné látky nebo anorganické soli, kteréžto přísady mají za úkol napomáhat prevenci sedimentace nebo působit jako činidla proti zmrznutí vody.

Smáččitelné prášky (nebo stříkací prášky) se obvykle připravují tak, aby obsahovaly 20 až 95 % účinné složky a obvykle obsahují, kromě pevného nosiče, 0 až 5 % smáččedla, 3 až 10 % dispergátoru a popřípadě 0 až 10 % jednoho nebo několika stabilizátorů nebo/a jiných přísad, jako penetračních činidel, adheziv, činidel proti spékání, barviv apod.

Jako příklady se uvádějí složení následujících smáččitelných prášků.

P ř í k l a d F 3

účinná látka	50 %
lignosulfonát vápenatý (deflo- kulační činidlo)	5 %
isopropyl-naftalensulfonát (anionické smáččedlo)	1 %
nespékavý oxid křemičitý	5 %
kaolin (plnidlo)	39 %

P ř í k l a d F 4

70% smáččitelný prášek	
účinná látka	700 g
dibutyl-naftalensulfonát sodný	50 g
produkt kondenzace naftalen- sulfonové kyseliny fenolsulfonové kyseliny a formaldehydu v poměru 3:2:1	30 g
kaolin	100 g
křída (Champagne)	120 g

P ř í k l a d F 5

40% smáččitelný prášek	
účinná látka	400 g
lignosulfonát sodný	50 g
dibutyl-naftalensulfonát sodný	10 g
oxid křemičitý	540 g

P ř í k l a d F 6

25% smáččitelný prášek	
účinná látka	250 g
lignosulfonát sodný	45 g
směs stejných hmotnostních dílů křídý (Champagne) a hydroxyethyl- celulózy	19 g
dibutyl-naftalensulfonát sodný	15 g
oxid křemičitý	195 g
křída (Champagne)	195 g
kaolín	281 g

P ř í k l a d F 7

25% smáčitelný prášek	
účinná látka	250 g
isooktylfenoxypolyoxyethylen-ethanol	25 g
směs stejných hmotnostních dílů křídý (Champagne) a hydroxyethylcelulózy	17 g
hlinitokřemičitan sodný	543 g
křemelina	165 g

P ř í k l a d F 8

10% smáčitelný prášek	
účinná látka	100 g
směs sodných solí sulfátů nasycených mastných kyselin	30 g
produkt kondenzace naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem	50 g
kaolin	820 g

K výrobě těchto smáčitelných (nebo stříkacích) prášků se účinné látky důkladně promísí ve vhodné míchačce s ostatními složkami a směs se rozmělní v mlýnu nebo jiném vhodném dřížicím zařízení. Tímto způsobem se získají postřikové prášky s výhodnou smáčivostí a suspendovatelností, které je možno suspendovat v libovolné žádané koncentraci ve vodě a výslednou suspenzi je možno velmi výhodně používat, zejména k aplikaci na listy rostlin.

Namísto smáčitelných prášků je možno vyrábět pasty. Podmínky a způsoby výroby a používání těchto past jsou analogické podmínkám a způsobům popsaným pro smáčitelné nebo postřikové prášky.

Jak již bylo uvedeno výše, spadají do rozsahu prostředků podle vynálezu i vodné disperze nebo emulze, například prostředky získané zředěním smáčitelného prášku nebo emulgovatelného koncentrátu podle vynálezu vodou. Tyto emulze mohou být typu "voda v oleji" nebo "olej ve vodě" a mohou mít i hustnou konzistenci, jako konzistenci majonézy.

Granuláty určené k aplikaci na půdu se obvykle připravují tak, aby se jejich velikost pohybovala mezi 0,1 a 2 mm. Tyto granulované prostředky je možno vyrábět aglomerací nebo impregnací. Obecně obsahují granuláty 0,5 až 25 % účinné látky a 0 až 10 % přísad, jako stabilizátorů, látek zpomalujících uvolňování účinné složky, pojidel a rozpouštědel.

Jako příklad se uvádí složení následujícího granulátu.

P ř í k l a d F 9

účinná látka	50 g
epichlorhydrin	2,5 g
polyglykol-cetylother	2,5 g
polyethylenglykol	35 g
kaolin (velikost částic 0,3 až 0,8 mm)	910 g

V tomto konkrétním případě se postupuje tak, že se účinná látka smísí s epichlorhydrinem, rozpustí se v 60 g acetonu a k roztoku se přidá polyethylenglykol a polyglykol-cetylother. Výsledným roztokem se postříká kaolin a aceton se odpaří ve vakuu. Mikrogranulát tohoto druhu se s výhodou používá k potírání půdních hub.

Sloučeniny podle vynálezu a jejich kombinace lze rovněž používat ve formě popraší. Je možno používat například prostředek sestávající z 50 g účinné látky a 950 g mastku nebo prostředek sestávající z 20 g účinné látky, 10 g jemně rozmělněného oxidu křemičitého a 970 g mastku. Shora uvedené složky se smísí, směs se rozmělní a aplikuje se poprašováním.

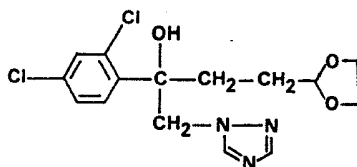
Vynález ilustrují následující příklady provedení, jimiž se však rozsah vynálezu v žádném směru neomezuje.

Příklady 1 až 3 ilustrují konkrétní způsoby přípravy sloučenin podle vynálezu. Tyto sloučeniny jsou charakterizovány fyzikálními vlastnostmi, z nichž jsou mj. uváděny hodnoty posunů skupiny $-O-CH-O-$ (acetalové seskupení) v NMR spektru v hodnotách delta. Tyto posuny se měří v ppm a jsou vztaženy na tetramethylsilan jako na referenční látku. Tato NMR spektra se měří při 100 MHz v deuteriochloroformu.

Příklady 4 až 10 ilustrují fungicidní vlastnosti sloučenin podle vynálezu a jejich aplikaci.

Příklad 1

Připraví se produkt vzorce V



(V)

Podle postupu popsaného v evropské patentové přihlášce č. 151 084 se 40 ml trifluorethanolu smísí s 10,7 g produktu vzorce V a do směsi se uvádí plyný chlorovodík až do dosažení hmotnostního přírůstku 1,39 g. Reakční směs se 2 hodiny zahřívá na 70 °C, pak se vylíje do 500 ml vody obsahující 10 g uhličitanu sodného a extrahuje se ethylacetátem. Organický roztok se promyje vodou, vysuší se a po filtraci se odpaří. Získá se 8 g krystalického produktu tvořeného směsí dvou diastereomerů sloučeniny vzorce I. Tento produkt při zahřívání začíná tát při 80 °C a jeho NMR spektrum obsahuje posun při delta 5,18 a 5,41 ppm.

Příklad 2

Produkt připravený postupem podle příkladu 1 se podrobí kapalinové chromatografii na koloně silikagelu za přetlaku 0,03 MPa, za použití směsi ethylacetátu a heptanu v objemovém poměru 80:20 jako elučního činidla.

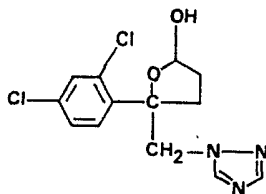
Shromáždí se první frakce A (3 g) a druhá frakce B (3,6 g).

Každá z těchto frakcí tvoří krystalující sraženinu. Krystaly A získané z frakce A odpovídají jednomu z diastereomerů. Tyto krystaly tají při 84 °C a v jejich NMR spektru je protonový posun při delta 5,41 ppm. Diastereomer A je charakterizován tím, že se v něm nacházejí triazolylmethylová skupina a trifluorethoxyskupina na stejné straně roviny tetrahydrofuranového kruhu.

Krystaly B získané z frakce B odpovídají druhému diastereomeru. Tyto krystaly tají při 167 °C a v jejich NMR spektru je protonový posun při delta 5,18 ppm.

Příklad 3

40 ml trifluorethanolu se smísí s 10,8 g produktu vzorce



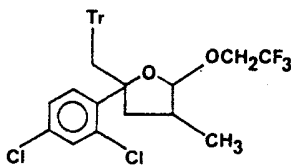
připraveného postupem podle evropské patentové přihlášky č. 151 084.

Do roztoku se uvádí plynný chlorovodík až k dosažení hmotnostního přírůstku 1,5 g, reakční směs se 4 hodiny zahřívá na 70 °C, pak se vylíje do 500 ml vody obsahující 10 g uhličitanu sodného a extrahuje se chloroformem. Organická fáze se promyje vodou a po vysušení se odpaří. Získá se 12,7 g produktu vzorce I, ve formě směsi dvou diastereomerů.

P ř í k l a d 4

Pokus se provádí na čtyřech parcelách ve volné přírodě. Na každé parcele rostou 4 jabloně odrůdy "Calville", které jsou vysoce citlivé na strupovitost (*Venturia inaequalis*). Ošetření se provádí ve dvanáctidenních intervalech počínaje kvetením a konče střední fází růstu plodů. Ošetření spočívá v aplikaci postřikové směsi, tj. zředěné vodné emulze účinné látky popsané v příkladu 1. Tato postřiková směs, která se aplikuje v dávce 1 000 litrů/ha, se vyrobí zředěním emulgovatelného koncentráту na koncentraci účinné látky 2,5 g/100 litrů. Používaný emulgovatelný koncentrát obsahuje 62 g/litr účinné látky, 203 g/litr cyklohexanonu, 609 g/litr acetofenonu, 50 g/litr alkylarylsulfonátu vápenatého a 100 g/litr kondenzačního produktu ethylenoxidu s ricinovým olejem.

Dosažené výsledky se porovnávají s výsledky dosaženými za použití příbuzného produktu, tj. sloučeniny uvedené v příkladu č. 42 zveřejněné evropské patentové přihlášky č. 151 084, která je po chemické stránce látce podle tohoto vynálezu nejbližší příbuzná. Jedná se o 1-[2-(2,4-dichlorfenyl)-4-methyl-5-(2,2,2-trifluorethoxy)tetrahydrofuran-2-ylmethyl]-1H-1,2,4-triazol odpovídající vzorci



kde

Tr je triazolový zbytek.

Tento produkt se v následujícím textu označuje jako "srovnávací látka". Výše zmíněná srovnávací látka zahrnuje, stejně jako sloučenina z příkladu 1 podle vynálezu, všechny možné diastereomerní formy.

Výsledky pokusu se měří a vyjadřují následovně:

fytotoxicity, která se měří za 1 den po třetím ošetření, se vyjadřuje v procentech po vizuálním vyhodnocení obecného stavu listů a plodů; hodnota 15 % se pokládá za maximální přípustnou hodnotu;

účinnost na listy se měří za 1 den po pátém ošetření a vyjadřuje se jako počet listů napadených strupovitostí v procentech;

účinnost na plody se měří po ukončení ošetřování a vyjadřuje se jako počet napadených plodů v procentech.

Dosažené výsledky jsou shrnuty do následujícího přehledu:

účinná látka	fytotoxicity	účinnost na listy	účinnost na plody
produkt z příkladu 1	1	32,2	4,4
srovnávací látka	1	80,0	58,7
neošetřeno (kontrola)	0	99,8	84,2

Příklad 5

Používá se stejné metody jako v příkladu 4 s tím, že se jabloně odrůdy "Golden" ošetřují postřikovou směsí obsahující účinnou látku v koncentraci 5 g/100 litrů.

Dosažené výsledky jsou shrnuty do následujícího přehledu:

účinná látka	fytotoxicity	účinnost na listy	účinnost na plody
produkt z příkladu 1	0	3	0
srovnávací látka	0	39,8	5,9
neošetřeno (kontrola)	0	99,7	87

Příklad 6

Pokus se provádí na 4 parcelách ve volné přírodě. Na každé z těchto parcel se pěstuje 15 rostlin vinné révy odrůdy "Carignan", která je vysoce citlivá na padlí révové (*Uncinula necator*). Ošetřování se provádí ve čtrnáctidenních intervalech od vyrašení pupenů až do vyžrání (období, kdy vinné hrozny mění barvu).

Výše zmíněná ošetření spočívají v aplikaci stejné postřikové směsi jako v příkladu 4, o koncentraci 1,5 g účinné látky na 100 litrů.

Dosažené výsledky, které se vyhodnocují stejně jako v příkladu 4, jsou shrnuty do následujícího přehledu:

účinná látka	fytotoxicity (měřená 13. den po druhém ošetření)	účinnost na listy (měřená 8. den po 3. ošetření)	účinnost na plody (měřená 14. den po ošetření)
produkt z příkladu 1	0	23,5	0
srovnávací látka	0	29,5	0
neošetřeno (kontrola)	0	100	96,2

Příklady 7 až 10

Pokus se provádí na 4 parcelách (10 m²) na pokusném poli osetém pšenicí. V době, kdy se na parcelách projeví první známky choroby, se provádí jedno nebo dvě ošetření.

K ošetření se používá stejná postřiková směs jako v příkladu 4, která se však aplikuje v množství odpovídajícím dávce účinné látky 90, 120 nebo 150 g/ha (v závislosti na testu).

Ve všech těchto testech nebyly pozorovány žádné známky fytoxicity.

V příkladu 7 se ošetřuje kultura pšenice odrůdy "Nebraska", napadená rzí plevovou (*Puccinia striiformis*). Výsledky se vyhodnocují za 10 dnů po druhém ošetření na nejvyšším listu těsně pod klasem.

V příkladu 8 se ošetřuje kultura pšenice odrůdy "Vaillant", napadení rzí pšeničnou (*Puccinia recondita*). Výsledky se vyhodnocují za 19 dnů po prvním ošetření na nejvyšším listu pod klasem.

V příkladu 9 se ošetřuje kultura pšenice odrůdy "Longbow", napadená braničnatkou pšeničnou (*Septoria tritici*). Výsledky se vyhodnocují za 46 dnů po ošetření (jediné ošetření) na nejvyšším listu pod klasem.

V příkladu 10 se ošetřuje kultura pšenice odrůdy "Roazon". Výsledky se vyhodnocují za 44 dnů po ošetření (jediné ošetření) na druhém listu od klasu dolů (první list - tedy nejvyšší list - není chorobou zasažen). Toto měření ilustruje dobrou stálost účinných látek.

Výsledky pokusů se měří a vyhodnocují následovně:

účinnost na listy: počet listů napadených chorobou v procentech;

účinnost na povrch listů: procentická hodnota povrchu listů napadeného chorobou.

Dosažené výsledky jsou shrnuty do následujícího přehledu:

účinná látka	dávka (g/ha)	příklad 7 účinnost na listy	příklad 8 účinnost na listy	příklad 8 účinnost na povrch listů	příklad 9 účinnost na povrch listů	příklad 10 účinnost na povrch listů
produkt z	90	4,6	75	2,8	3,6	21,6
příkladu 1	120	2,1	36	0,8	2,6	10,3
	150	1,2	28	0,6	2,9	3,9
srovnávací	90	39,2	88	8,8	6,9	10,9
látka	120	27,3	93	5,4	7,7	11,7
	150	19,5	74	4,7	4,8	15,9
neošetřeno (kontrola)	0	80	100	27,2	21,4	58,7

P ř í k l a d 11

Test účinnosti in vivo na *Erysiphe graminis* sp. *hordei* na ječmeni (padlí travní)

Jemným rozemláním níže uvedených složek se připraví vodná emulze testované účinné látky.

testovaná účinná látka	90 mg
Tween 80 (povrchově aktivní činidlo tvořené oleátem kondenzačního produktu ethylenoxidu se sorbitanem) zředěný vodou na koncentraci 10 %	0,45 ml
voda	90 ml

Tato vodná emulze se pak zředí vodou na žádanou koncentraci.

Do květináčů naplněných hlinitou půdou se zasije ječmen a po vzejití se rostliny vysoké 10 cm postříkají vodnou emulzí testované látky o níže uvedené koncentraci. Test se opakuje dvakrát. Po 24 hodinách se rostliny ječmene popráší spórami *Erysiphe graminis*, a to za použití rostlin napadených chorobou. Za 8 až 12 dnů po zamoření se pokus vyhodnotí.

Při testech prováděných za shora uvedených podmínek byly zjištěny následující výsledky:

Použití produktu z příkladu 1 a sloučeniny A z příkladu 2 v koncentraci 0,1 g/litr zajišťuje úplnou ochranu rostlin před infekcí (ochranu vyšší nebo rovnou 95 %).

P ř í k l a d 12

Test účinnosti in vivo na *Puccinia recondita* (rez pšeničná) na pšenici

Rostliny pšenice pěstované v květináčích naplněných hlinitou půdou se po dosažení výšky 10 cm ošetří postřikem vodnými emulzemi stejného složení jako v příkladu 11, obsahujícími účinnou látku v různé koncentraci. Pro každou koncentraci se test opakuje dvakrát.

Za 24 hodin se rostliny pšenice postříkají vodnou suspenzí spór *Puccinia recondita* (50 000 spór/ml), připravenou za použití zamořených rostlin. Květináče s rostlinami se pak na 48 hodin přemístí do inkubační komory s teplotou cca 18 °C a 100% relativní vlhkostí vzduchu.

Po těchto 2 dnech se relativní vlhkost v komoře sníží na 60 %. V době mezi jedenáctým a patnáctým dnem po zamoření se srovnáním s neošetřenými kontrolními rostlinami vyhodnotí stav ošetřených rostlin.

Při testu prováděném za shora uvedených podmínek byly zjištěny následující výsledky:

V koncentraci 0,1 g/litr poskytují sloučeniny z příkladu 1 a 2 (sloučenina A) úplnou ochranu proti shora uvedené houbě.

P ř í k l a d 13

Test účinnosti in vitro na houby přenosné semenem a na půdní houby.

Zjišťuje se účinnost sloučenin podle vynálezu na následující druhy hub odpovědné za sekundární choroby obilovin:

<i>Pseudocercospora herpotrichoides</i>	(CERC)
<i>Helminthosporium gramineum</i> (pruhovitost ječmene)	(HELM G)
<i>Botrytis cinerea</i> (plíseň šedá)	(BOT)
<i>Pyrenophora avenae</i> (hnědá skvrnitost ovsa)	(PYRE)
<i>Septoria nodorum</i> (braničnatka plevová)	(SEPT N)
<i>Helminthosporium teres</i> (hnědá skvrnitost ječmene)	(HELM T)

Zkratky v závorkách budou použity k identifikaci jednotlivých hub v níže uvedené tabulce.

Každý test se provádí následujícím způsobem:

Živé prostředí tvořené bramborem, glukózou a agarem (prostředí PDA) se po sterilizaci v autoklávu při 120 °C v silně podchlazeném stavu vnese do série Petriho misek (20 ml na každou misku).

Po naplnění misek se do podchlazeného prostředí injikuje acetonový roztok testované sloučeniny v takovém množství, aby se dosáhlo žádané finální koncentrace.

Jako kontroly se používají stejné Petriho misky jako při pokusu, obsahující stejné množství živného prostředí, ale bez účinné látky.

Po 24 nebo 48 hodinách se každá miska naočkuje fragmentem mycelia získaného předcházející kultivací příslušné houby.

Misky se 2 až 10 dnů (v závislosti na pokusné houbě) skladují při teplotě 22 °C, načež se růst houby v miskách s obsahem účinné látky porovná s růstem houby v kontrolních miskách.

Tímto způsobem se pro každou testovanou sloučeninu zjistí nejnižší dávka, v níž tato sloučenina inhibuje vývoj příslušné houby z 80 až 100 %. Tato dávka se označuje jako "minimální inhibiční koncentrace".

Výše zmíněné minimální inhibiční koncentrace (v ppm) jsou shrnuty do následující tabulky, v níž jsou pokusné houby označovány shora uvedenými zkratkami.

T a b u l k a

Sloučenina z příkladu č.	Minimální inhibiční dávka (ppm tj. mg/litr)					
	CERC	HELM G	HELM T	PYRE	SEPT N	BOT
2 (A)	10	30	10	100	30	30
1	3	100	10	10	30	30

Koncentrace suspenzí účinných látek používaných v předcházejících příkladech jsou udávány v g/litr a v podstatě odpovídají stejně vysokým aplikačním dávkám v g/ha.

Vlastnosti kombinací podle vynálezu ilustrují následující příklady.

P ř í k l a d 14

Test účinnosti in vitro na Septoria nodorum (braničnatka plevová) (sloučenina II - iprodion)

Do série sterilních Petriho misek se vnese silně podchlazené živné prostředí.

Při plnění se do podchlazeného prostředí injekčně vpraví acetonový roztok účinné složky tvořené kombinací sloučeniny připravené v příkladu 1 s iprodionem. Používají se kombinace s různým poměrem komponent a acetonový roztok se dává v takovém množství, aby se dosáhlo žádané koncentrace účinné složky.

Jako kontroly slouží stejné Petriho misky plněné stejným způsobem s tím, že živné prostředí v nich neobsahuje žádnou účinnou látku.

Po 24 hodinách se každá miska naočkuje kouskem mycelia houby z předcházející kultivace této houby.

Misky se 15 dnů skladují při teplotě 22 ± 2 °C, načež se růst houby v miskách s obsahem účinné složky porovná s růstem houby v miskách kontrolních.

Inhibice v procentech se vypočítá podle následujícího vzorce:

$$I = \frac{T - TT}{T - d} \times 100$$

kde

I = inhibice v procentech

T = střední hodnota průměru terče mycelia narostlého v kontrolní misce (mm)

TT = střední hodnota průměru terče mycelia narostlého v ošetřené misce

d = průměr fragmentu mycelia použitého na začátku testu k očkování

Při testech prováděných za shora popsanych podmínek byly zjištěny následující hodnoty skutečné inhibice vývoje houby v %.

Inhibice vývoje *Septoria nodorum* v %

Iprodion (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	0,3	3
0		0	43	69
3		70	85	95
10		83	90	100

P ř í k l a d 15

Test účinnosti in vitro na *Septoria nodorum* (braničnatka plevová) (sloučenina II - fenpropimorph)

Pracuje se stejně jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující inhibice *Septoria nodorum* v %;

Fenpropimorph (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	1	3
0		0	62	69
1		76	90	94
2		83	93	98

P ř í k l a d 16

Test účinnosti in vitro na *Septoria nodorum* (braničnatka plevová) (sloučenina II - tridemorph)

Pracuje se stejně jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice *Septoria nodorum* v %:

Tridemorph (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	0,3	1
0		0	43	62
0,3		72	82	90
3		90	95	96

P ř í k l a d 17

Test účinnosti in vitro na *Septoria tritici* (braničnatka pšeničná) (sloučenina II - captafol)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice *Septoria tritici* v %:

Captafol (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	3
0		0	35
100		84	92
300		100	100

P ř í k l a d 18

Test účinnosti in vitro na Botrytis cinerea (plíseň šedá) (sloučenina II - carbendazim)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice Botrytis cinerea v %:

Carbendazim (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	10
0		0	35
0,08		72	85

P ř í k l a d 19

Test účinnosti in vitro na Botrytis cinerea (plíseň šedá) (sloučenina II - captan)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice Botrytis cinerea v %:

Captan (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	10
0		0	35
10		9	86

P ř í k l a d 20

Test účinnosti in vitro na Botrytis cinerea VE 35 (plíseň šedá) (sloučenina II - iprodion)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice Botrytis cinerea VE 35 v %:

Iprodion (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	10
0		0	88
3			90

P ř í k l a d 21

Test účinnosti in vitro na Alternaria tenuis (sloučenina II - iprodion)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice Alternaria tenuis v %:

Iprodion (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	10
0		0	68
10		90	100

P ř í k l a d 22

Test účinnosti in vitro na *Monilia laxa* (monilióza peckovin) (sloučenina II - carben-
dazim)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následu-
jící hodnoty inhibice *Monilia laxa* v %:

Carbendazim (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	0,3	1
0		0	31	77
0,008		76	86	100
0,015		92	92	95

P ř í k l a d 23

Test účinnosti in vitro na *Helminthosporium gramineum* (pruhovitost ječmene) (slouče-
nina II - fenpropimorph)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následu-
jící hodnoty inhibice *helminthosporium gramineum* v %:

Fenpropimorph (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	10	30
0		0	65	75
0,1		0,00	78	69
0,3		0,00	52	75

P ř í k l a d 24

Test účinnosti in vitro na *Fusarium roseum* (fusarióza) (sloučenina II - chlorothalonil)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následu-
jící hodnoty inhibice *Fusarium roseum* v %:

Chlorothalonil (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	0,3	30
0		0	56	49
100		51	51	75
300		73	74	83

P ř í k l a d 25

Test účinnosti in vitro na *Fusarium roseum* (fusarióza) (sloučenina II - maneb)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následu-
jící hodnoty inhibice *Fusarium roseum* v %:

Maneb (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	0,3	30
0		0	6	49
30		75	83	85
50		73	78	83

P ř í k l a d 26

Test účinnosti in vitro na *Venturia pirina* (strupovitost hrušní) (sloučenina II - captan)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice *Venturia pirina* v %:

Captan (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	10	100
0		0	70	94
30		46	78	95
100		62	88	95

P ř í k l a d 27

Test účinnosti in vitro na *Pseudocercospora herpotrichoides* (sloučenina II - tridemorph)

Pracuje se za stejných podmínek jako v předcházejícím příkladu. Byly zjištěny následující hodnoty inhibice *Pseudocercospora herpotrichoides*.

Tridemorph (mg/litr)	účinná látka podle vynálezu (mg/litr)	0	0,3	3
0		0	22	77
0,3		18	41	80
1		52	64	91
3		86	86	96

P ř í k l a d 28

Test účinnosti in vitro na *Erysiphe graminis* f. sp. hordei na ječmeni (padlí travní)

Pokus se provádí stejným způsobem jako v příkladu 11 s tím, že se jako účinná složka použije kombinace sloučeniny připravené postupem podle příkladu 1 s tridemorphem v hmotnostním poměru 1:1.

Při aplikaci této kombinace v koncentraci 0,06 g/litr se docílí úplné ochrany (vyšší než 95 %).

P ř í k l a d 29

Test účinnosti in vivo na *Botrytis cinerea* (plíseň šedá) na rajčatech

Postupem popsaným v příkladu 11 se připraví vodná emulze. Jako účinná složka se použije kombinace sloučeniny získané podle příkladu 1 a iprodionu v hmotnostním poměru 1:1.

Rostliny rajčete (odráda Marmande), pěstované ve skleníku, se ve stáří 30 až 40 dnů ošetří postřikem shora připravenou vodnou emulzí.

Po 24 nebo 48 hodinách se z ošetřených rostlin odříznou listy, které se vloží do 2 Petriho misek o průměru 11 cm, na jejichž dnu je položen navlhčený kruhový filtrační papír. Do každé misky se vloží 5 listů.

Inokulace se provádí injekční stříkačkou, jíž se na každý list nanese 3 kapky suspenze spor houby *Botrytis cinerea*. Tato suspenze se získává z patnáctidenní kultury shora uvedené houby, která se suspenduje v živném roztoku (80 000 jednotek/ml.).

Za 6 dnů po kontaminaci se pokus vyhodnotí porovnáním se stavem v neošetřeném kontrolním pokusu.

Shora uvedená kombinace účinných látek poskytuje při aplikaci v koncentraci 0,66 g/litr úplnou (vyšší než 95%) ochranu proti houbě.

P ř í k l a d 30

Test účinnosti in vivo na *Erysiphe graminis* f. sp. *hordei* na pšenici (padlí travní)

Účinný prostředek se připraví stejným postupem jako v příkladu 11 s tím, že se jako účinná složka použije kombinace sloučeniny připravené podle příkladu 11 s tridemorphem a fenpropimorphem v hmotnostním poměru: sloučenina z příkladu 1:tridemorph nebo fenpropimorph = 1,1.

Rostliny pšenice vypěstované v květináčích naplněných hlinitou půdou se po dosažení výšky 10 cm ošetří postřikem vodnou emulzí účinné látky o níže uvedené koncentraci. Test se opakuje dvakrát. Po 24 hodinách se rostliny pšenice popráší spóry *Erysiphe graminis*, a to za použití zamořených rostlin.

Za 8 až 12 dnů po kontaminaci se pokus vyhodnotí.

Při práci za shora popsanych podmínek bylo zjištěno, že testovaná kombinace účinných látek při aplikaci v dávce 0,063 g/litr poskytuje úplnou ochranu (vyšší nebo rovnou 95 %) proti napadení houbou.

P ř í k l a d 31

Test účinnosti in vivo proti *Septoria nodorum* (braničnatka plevová)

Účinný prostředek se připravuje stejným způsobem jako v příkladu 11 s tím, že se jako účinná složka použije kombinace sloučeniny připravené podle příkladu 1 s iprodionem v hmotnostním poměru 1:1.

Rostliny pšenice vypěstované v květináčích naplněných hlinitou půdou se po dosažení výšky 10 cm ošetří postřikem vodnou emulzí účinné látky o níže uvedené koncentraci. Test se opakuje dvakrát.

Po 24 hodinách se ošetřené rostliny pšenice postříkají vodnou suspenzí spor (150 000 spor/ml), získaných z kultur shora uvedené houby pěstovaných in vitro. Květináče s rostlinami pšenice se pak 8 dnů uchovávají v inkubační komoře při cca 20 °C a 100% relativní vlhkosti vzduchu. Mezi 8 a 15 dnem po kontaminaci se srovnáním s neošetřenými kontrolními rostlinami vyhodnotí stav pokusných rostlin.

Při práci za shora popsanych podmínek bylo zjištěno, že shora zmíněná kombinace účinných

látek aplikovaná v koncentraci 0,25 g/litr poskytuje vyšší než 90% ochranu proti uvedené houbě.

P ř í k l a d 32

Test preventivní účinnosti in vivo proti *Monilia* sp. a *Penicillium* sp., způsobujícím hnilobu ovoce, zejména jablek

Tyto dva testy, i když jsou na sobě nezávislé, jsou shrnuty do jednoho příkladu, protože se provádějí stejným způsobem. Pracuje se stejně jako v příkladu 11 s tím, že se jako účinná složka použije kombinace sloučeniny připravené podle příkladu 1 s iprodionem v hmotnostním poměru 1:1.

Jablka se ošetří postřikem vodnou suspenzí o níže uvedené koncentraci účinné složky. Test se opakuje dvakrát.

Po 24 hodinách se ošetřená jablka postřikají vodnou suspenzí spór pokusné houby (50 000 spór/ml v případě *Monilia* sp. a 250 000 spór/ml v případě *Penicillium* sp.), získaných ze zamořených plodů. Jablka se pak umístí do inkubační komory s teplotou 20 °C a 90 až 100% relativní vlhkostí vzduchu. Mezi pátým a desátým dnem po kontaminaci se srovnáním s neošetřeným kontrolním ovocem vyhodnotí stav pokusného ovoce.

Při práci za shora popsaných podmínek bylo zjištěno, že výše zmíněná kombinace účinných látek při aplikaci v koncentraci 0,66 g/litr poskytuje v případě *Monilia* sp. ochranu ve výši 49 % a v případě *Penicillium* sp. ve výši 21 %.

P ř í k l a d 33

Test účinnosti in vivo na *Erysiphe graminis* f. sp. *hordei* na ječmeni (padlí travní)

Postup je stejný jako v příkladu 11 s tím, že se jako účinná složka použije kombinace sloučeniny připravené podle příkladu 1 a tridemorphu, v hmotnostním poměru: sloučenina z příkladu 1:tridemorph = 0,033.

Rostliny ječmene pěstované v květináčích naplněných hlinitou půdou se po dosažení výšky 10 cm postřikají vodnou emulzí o níže uvedené koncentrace účinné látky. Test se opakuje dvakrát. Po 24 hodinách se rostliny ječmene popráší spórami *Erysiphe graminis*, a to za použití zamořených rostlin.

Za 8 až 12 dnů po kontaminaci se pokus vyhodnotí.

Při práci za shora popsaných podmínek poskytuje výše zmíněná kombinace účinných látek aplikovaná v koncentraci 0,1 g/litr 50% ochranu proti houbě.

P ř í k l a d 34

Test účinnosti in vivo na peronospóru révy vinné (*Plasmopara viticola*)

Stejným postupem jako v příkladu 11 se připraví vodná emulze účinné složky tvořené kombinací sloučeniny připravené podle příkladu 1 s preparátem phosetyl-Al v hmotnostním poměru 0,5.

Rízky vinné révy (*Vitis vinifera*, odrůda Chardonnay) se zasazuje do květináčů, v nichž se dále pěstují. Po 2 měsících (stadium 8 až 10 listů, výška 20 až 30 cm) se rostliny postřikají vodnou suspenzí nebo roztokem testované látky. Každá rostlina se ošetří zhruba 5 ml testovaného prostředku.

Rostliny se nechají 24 hodiny oschnout a pak se postříkají vodnou suspenzí spór *Plasmopara viticola* (peronospora révy vinné) v množství zhruba 1 ml/rostlina (tj. zhruba 10^5 spór/rostlina).

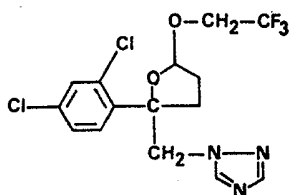
Po této kontaminaci se rostliny vinné révy na 2 dny umístí do inkubační komory s teplotou 18°C a atmosférou nasycenou vlhkostí, načež se dalších 5 dnů uchovávají při teplotě 20 až 22°C a při 90 až 100% relativní vlhkosti vzduchu.

Za 7 dnů po kontaminaci se pokus vyhodnotí.

Při práci za shora popsaných podmínek bylo zjištěno, že výše zmíněná kombinace účinných látek aplikovaná v koncentraci 3 g/litr poskytuje úplnou ochranu proti peronospore.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

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



(I)

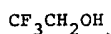
nebo její sůl,

v kombinaci s alespoň jedním zemědělsky přijatelným inertním nosičem.

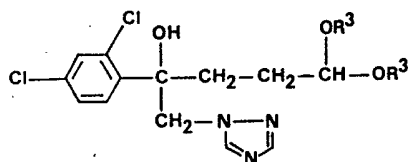
2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje sloučeninu shora uvedeného vzorce I ve formě směsi diastereomerů.

3. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje sloučeninu shora uvedeného vzorce I ve formě diastereomeru, v němž triazolymethylová skupina a trifluorethoxyskupina se nacházejí na stejné straně roviny tetrahydrofuranového kruhu.

4. Způsob výroby účinné látky vzorce I podle bodu 1, vyznačující se tím, že se trifluor-ethanol vzorce



nechá v přítomnosti kyselého katalyzátoru reagovat se sloučeninou obecného vzorce IV



(IV)

ve kterém

R^3

znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, nebo oba symboly R^3 společně tvoří alkylenovou skupinu se 2 nebo 3 atomy uhlíku.