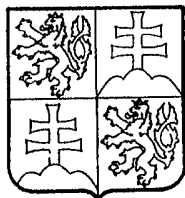


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(21) 00188-91.T

(13) A3

5(51) C 07 C 311/57,

(22) 28.01.91

(32) 31.01.90

(31) 90HU/600

(33) HU

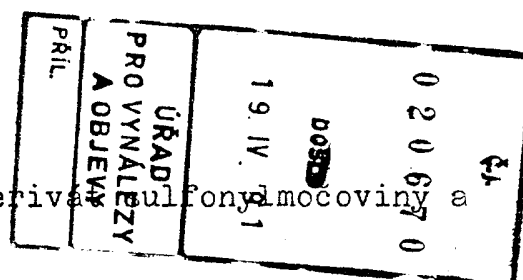
(40) 15.10.91

(71) Nehézvegyipari Kutató Intézet, Veszprém, HU

(72) Vaas András dr., Veszprém, HU; Dudás József, Veszprém, HU; Szabó Judit, Veszprém, HU; Miklós Dezső dr., Veszprém, HU; Szalontai Gábor dr., Veszprém, HU; Simon Zoltán dr., Veszprém, HU; Nagy Bálint dr., Veszprém, HU; Kovács Mária dr., Veszprém, HU; Tóth István dr., Miskolc, HU; Szőke Béla, Miskolc, HU; Balogh Károly dr., Miskolc, HU; Nagy József dr., Miskolc, HU; Dombay Zsolt, Miskolc, HU; Pavliscsák Csaba, Sajóbábony, HU; Bártfai Angéla, Miskolc, HU; Mile Erzsébet, Miskolc, HU; Fodor Károly, Miskolc, HU;

(54) Herbicidně účinný substituovaný derivát sulfonylmočoviny a způsob jeho přípravy

(57) Nové, herbicidně účinné, deriváty substituované sulfonylmočoviny obecného vzorce I, kde znamená R_1 vodík, halogen C_{1-4} alkoxy, halogen- C_{1-4} alkoxy, C_{1-3} alkylsulfonyl nebo COR_6 , R_2 vodík, C_{1-3} alkyl nebo fenyl, R_3 C_{1-6} alkyl, C_{3-6} alkenyl, C_{1-3} alkoxyalkyl, C_{2-4} alkyl substituovaný alespoň jedním halogenem, nebo benzyl, R_4 a R_5 na sobě nezávisle C_{1-4} alkyl, C_{1-4} alkoxy, halogen, C_{1-3} alkylamino nebo di/ C_{1-3} alkyl/amino nebo C_{1-3} alkylthio, R_6 C_{1-4} alkoxy, C_{3-6} alkenyl, C_{3-6} alkoxyalkyl, C_{1-3} alkylamino, di/ C_{1-3} alkyl/amino, piperazinyl nebo morfolinyl, X kyslík nebo síra a E methin nebo dusík a jejich soli a herbicidní prostředky, které je obsahují popřípadě s antidoty jsou vysoce účinnými prostředky proti četným plevelům a selektivní se zřetelem na kulturní rostliny.



Herbicidně účinný substituovaný derivát sulfonylmočoviny a způsob jeho přípravy

Oblast techniky

Vynález se týká herbicidně účinného derivátu sulfonylmočoviny a způsobu jeho přípravy.

Dosavadní stav techniky

Herbicidně účinné deriváty sulfonylmočoviny jsou obecně známými sloučeninami.

Známe sulfonylmočoviny jsou charakterizovány tím, že atom dusíku v poloze 3, substituovaný heterocyklickou skupinou, má atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, s výhodou methylovou skupinu, nebo alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, s výhodou methoxy skupinu, nebo alkenylovou skupinu s 2 až 8 atomy uhlíku, alkylylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku nebo aralkylovou skupinu. Jiných substituentů byl publikován překvapujícím malý počet a je málo patentových spisů, které by se takových derivátů týkaly.

Sulfonylmočovina takového typu je popsána například v evropském patentovém spise číslo 142378 a ve zveřejněné japonské přihlášce vynálezu číslo J5 8126872 a J6 0078981.

Sulfonylmočoviny mají vynikající herbicidní působení na četné dvouděložné plevelné rostliny, hlavně na širokolisté plevelné rostliny i na plevelné trávy /J.M. Green a kol.: Proc. S. Weed Sci. Soc. 34, str. 214, 1981/ zvláště ve pšenici a v ječmeni. Jejich předností je účinnost ve velmi nízkých dávkách, zpravidla 5 až 50 g/ha. Nevýhodou je však, že podle jejich použití, jsou i pěstované rostliny poškozovány ve větší nebo menší míře. V praxi je proto vhodné používat antidoty v obilných a zvláště v kukuřičných kulturách. Podle evropského patentového spisu číslo 127469 jsou uvedené protilátky /antidoty/ vhodné před vzejitím k ochraně pšenice a prosa před nepříznivým působením herbicidních prostředků sulfonylmočovi-

nového typu. Nejpriznivější je methyl-2-[-/aminokarbonyl/-aminosulfonyl_7benzoát a jeho amoniová sůl, jakož také methyl-3-[-/aminokarbonyl/aminosulfonyl_7-2-thiofenkarboxylát.

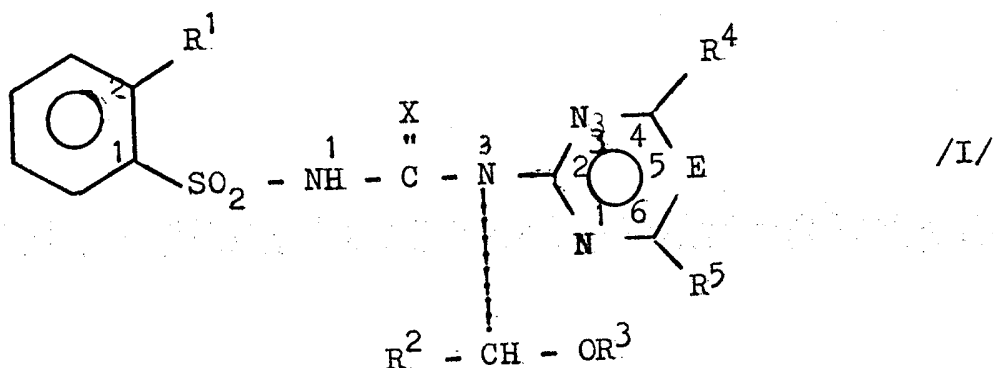
Podle amerického patentového spisu číslo 4 343649 1,8-nafthalanhidridu, 2-/-/kyanomethoxyimino/benzenacetonitrilu nebo N,N-diallyldichloracetamidu se může používat s příznivým výsledkem se zřetelem na zvýšení selektivity herbicidně účinného 2-chlor-N-[-/4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl/-aminokarbonyl_7benzensulfonamidu, 2,5-dichlor-N-[-/4,6-dimethoxypyridin-2-yl/aminokarbonyl_7benzensulfonamidu nebo 2-karbomethoxy-N-[-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/aminokarbonyl_7benzensulfonamidu.

Herbicidní prostředky, obsahující derivát sulfonylmočoviny jakožto účinnou látku spolu s deriváty glycinu jakožto protilátkami jsou známy z maďarského patentového spisu číslo 201445.

Úkolem vynálezu je vyvinout herbicidní prostředky obsahující nové účinné látky, které mají příznivější chemické a fyzikální vlastnosti, vyšší selektivitu a nižší setrvání ve srovnání se známými sulfonylmočoviny.

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu jsou nové herbicidně účinné deriváty substituované sulfonylmočoviny obecného vzorce I



kde znamená

- R₁ atom vodíku, atom halogenu, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo skupinu obecného vzorce
COR₆
- R₂ atom vodíku, alkylovou skupinu a 1 až 3 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,
- R₃ alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku substituovanou jedním nebo několika atomy halogenu nebo benzylovou skupinu,
- R₄ a R₅ na sobě nezávisle vždy alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, atom halogenu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo alkylthioskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,
- R₆ alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxyskupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu, piperazinylovou nebo morfolinylovou skupinu,
- X atom kyslíku nebo atom síry a
- E methinovou skupinu nebo atom dusíku

jejich soli s alkalickými kovy, s kovy alkalických zemin, s aminy nebo s kvarterními amoniovými zásadami.

Vynález se také týká herbicidních prostředků obsahujících uvedené deriváty substituované sulfonylmočoviny obecného vzorce I popřípadě spolu s antidoty.

Vynález se rovněž týká způsobu přípravy derivátů substituované sulfonylmočoviny obecného vzorce I, kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam.

Alkylovými skupinami se zde vždy míní alkylové skupiny s přímým nebo s rozvětveným řetězcem, jako je skupina methylová, ethylová, propylová, isopropylová a dále isomerní butylové skupiny.

Alkoxyskupinami se zde vždy míní methoxyskupina, ethoxyskupina, propoxyskupina, isopropoxyskupina nebo kterákoliv z isomerních butoxyskupin, zvláště však methoxyskupina, ethoxyskupina a propoxyskupina.

Alkenylovými skupinami se zde vždy míní například skupina allylová, isopropenylová, 1-propenylová, 1-butenylová, 2-butenylová, 3-butenylová, 1-isobutenylová nebo pentenylová skupina, zvláště však allylová skupina a 4-pentenylová skupina.

Atomem halogenu se zde vždy míní samotný atom halogenu nebo halogenalkoxyskupiny; například atom fluoru, chloru nebo bromu, zvláště však atom chloru.

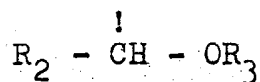
Jakožto alkalické kovy nebo kovy alkalických zemin v případě solí sloučenin obecného vzorce I, se uvádějí draslík, sodík, hořčík nebo vápník, kterých se pro vytvoření solí používá ve formě hydroxidu, zvláště hydroxidu sodného nebo draselného.

Jakožto aminy pro vytváření solí sloučenin obecného vzorce I se uvádějí primární, sekundární nebo terciární aminy, jako jsou například methylemin, ethylamin, propylamin, isopropylamin, kterýkoliv ze čtyř isomerních butylaminů, dimethylamin, diethylamin, isopropylamin, diisopropylamin, pyrrolidin, piperidin, morfolin, trimethylamin, pyridin, chinolin nebo isochinolin, zvláště však isopropylamin a diethanolamin.

Jakožto kvarterní amoniové zásady, použitelné pro přípravu solí sloučenin obecného vzorce I se uvádějí například tetraethylamonium, triethylbenzylamonium, trimethylbenzylamonium halogenidů nebo kterýkoliv z tetrabutylamoniumhalogenidů.

S překvapením se totiž zjistilo, že herbicidní prostřed-

ky, obsahující nové deriváty sulfonylmočoviny obecného vzorce I, charakterizované tím, že dusík v poloze 3 sulfonylmočoviny podílu, substituovaný heterocyklickou skupinou a nesoucí skupinu obecného vzorce

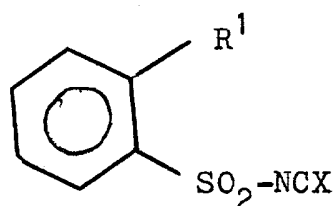


kde R_2 a R_3 mají shora uvedený význam, vykazují zvýšenou účinnost a splňují shora uvedené požadavky.

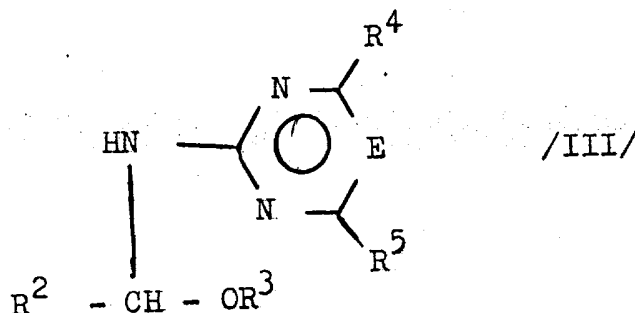
Zjistilo se, že herbicidní prostředky, obsahující nové sloučeniny obecného vzorce I, kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, jsou obzvláště užitečné pro ničení plevelných rostlin, jelikož mají vynikající herbicidní působení za vhodně nízkých dávek a jsou vhodně selektivní se zřetelem na pěstované rostliny nebo se jim selektivita může dodat použitím o sobě známých antidotů /protilátek/, přičemž se tyto nové sloučeniny zároveň snadno rozkládají v půdě.

Vynález se tedy rovněž týká způsobu přípravy uvedených nových sloučenin obecného vzorce I v inertních organických rozpouštědlech nebo v jejich směsích. Při tomto způsobu se

a/ nechává reagovat isokyanát nebo isothiokyanát obecného vzorce IV

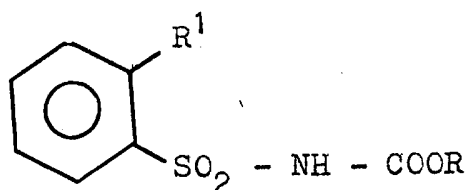


kde R_1 má shora uvedený význam, s aminopyrimidinem nebo s aminotriazinevým derivátem obecného vzorce III



kde R_2 , R_3 , R_4 , R_5 a E mají shora uvedený význam u obecného vzorce I, popřípadě v přítomnosti zásady jakožto katalyzátoru, při teplotě 0 až 25 °C s výhodou při teplotě 20 až 30 °C, nebo

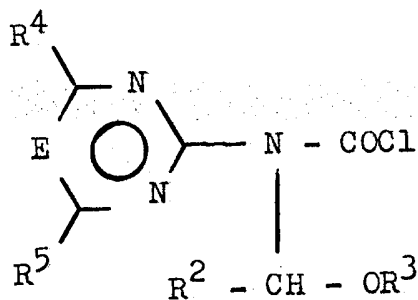
b/ se nechává reagovat derivát sulfonylkarbamátu obecného vzorce V



/V/

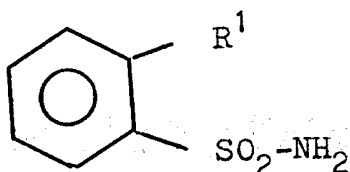
kde R_1 má shora uvedený význam u obecného vzorce I a R znamená fenylovou skupinu, s aminopyrimidinovým nebo aminotriazinovým derivátem obecného vzorce III, kde R_2 , R_3 , R_4 , R_5 a E mají shora uvedený význam, při teplotě 25 až 120 °C, s výhodou při teplotě 60 až 90 °C, nebo

c/ se nechává reagovat karbamoylchlorid obecného vzorce VI



/VI/

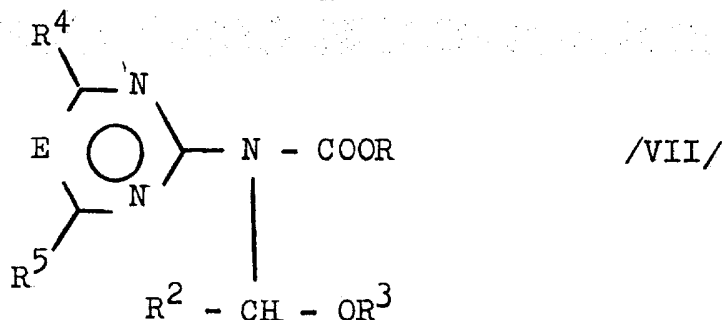
kde R_2 , R_3 , R_4 a E mají shora uvedený význam, se solí alkalického kovu sulfonamidu obecného vzorce II



/II/

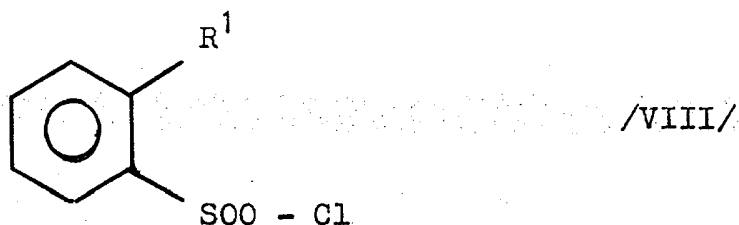
kde R_1 má shora uvedený význam u obecného vzorce I, v přítomnosti zásady jakožto katalyzátoru a při teplotě -10 až 50°C , s výhodou 0 až 50°C , nebo

d/ se nechává reagovat N-pyrimidinylkarbamát nebo N-triazinylkarbamát obecného vzorce VII



kde R_2 , R_3 , R_4 , R_5 a E mají shora uvedený význam a kde znamená R fenylovou skupinu, se sulfonamidem obecného vzorce II, kde R_1 má shora uvedený význam u obecného vzorce I, v přítomnosti katalytického množství zásady při teplotě 20 až 80°C , s výhodou při teplotě 20 až 40°C , nebo

e/ se nechává reagovat sulfonylchlorid obecného vzorce VIII



kde R_1 má shora uvedený význam u obecného vzorce I, s aminopyrimidinovým nebo aminotriazinovým derivátem obecného vzorce III, kde R_2 , R_3 , R_4 a R_5 mají shora uvedený význam s kyanáty alkalických kovů při teplotě 20 až 120°C , s výhodou při teplotě 60 až 90°C .

Popřípadě se sloučeniny obecného vzorce I, připravené jedním ze shora uvedených způsobů, mohou převádět na své soli působením hydroxidů alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin, aminů nebo kvarterních amoniumhalogenidů, například reakcí žádané sloučeniny se vhodnou zásadou ve vhodném rozpouštědle, které se pak odpaří.

Při přípravě sloučenin obecného vzorce I se může jakožto inertních organických rozpouštědel používat následujících rozpouštědel, jakkoliv však tento výčet nemá znamenat žádné omezení: methylenchlorid, chloroform, tetrachlormethan, dichlorethan, trichlorethan, tetrahydrofuran, acetonitril, dioxan, benzen, toluen, xylén, chlorbenzen, dimethylformamid, nitromethan, nitroethan, N-methylpyrrolidon, dimethoxyethan, diethylether, diisopropylether, dibutylether, hexan, petroleumether, ethylacetát, butylacetát, dibutylftalát, jakož i také minerální a rostlinné oleje.

Při shora uvedených možných způsobech přípravy má být reakční teplota v širokém oboru -20°C až teplota varu použitého rozpouštědla; je však výhodné nechávat reagovat reakční složky při teplotě 0 až 90°C a především při teplotě 15 až 45°C , jelikož je tento obor teploty vhodný i pro deriváty sloučenin obecného vzorce I, citlivé k teplotě. Reakce se s výhodou provádějí za tlaku okolí, může se však stejně dobře použít i vyššího nebo nižšího tlaku. Reakce se mohou provádět v přítomnosti vzduchu nebo v prostředí inertního plynu, například v prostředí dusíku.

Pro zkrácení reakční doby nebo pro ukončení reakce se může používat několik kapek zásady jakožto katalyzátoru.

Jakožto katalyticky účinných zásad se může používat zvláště terciárních aminů, jako jsou například triethylamin, tributylamin, N,N-dimethylanilin jakož i také dusík obsahující heterocyklické sloučeniny, například pyridin nebo 1,4-diazabicyklo[2.2.2]oktan /DABCO/, jakkoliv jsou pro tento účel také užitečné hydroxidy alkalických kovů nebo alkoxidy alkalických kovů, například hydroxid sodný nebo methoxid sodný. Avšak katalyzátory, použitelné při shora uvedených variantách způsobu přípravy, nejsou omezené na uvedený výčet.

Produkty, připravené shora uvedenými variantami způsobu přípravy, se mohou izolovat úplným nebo částečným odpařením rozpouštědla a překrystalováním; nebo triturováním zbytku po odpaření s rozpouštědlem nebo se směsí rozpouštědel mírně roz-

pouštějících produkt. Popřípadě se získané sloučeniny mohou čistit chromatografií na vhodném prostředí, jako je oxid hlinitý, nebo silikagel.

Herbicidní prostředky podle vynálezu obsahují zpravidla účinnou látku obecného vzorce I, kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, v množství hmotnostně 0,01 až 95 %, s výhodou v množství hmotnostně 2 až 80 %. Tyto prostředky mají o sobě známou formu, jsou to například roztoky, emulze, popraše, suspenze, smáčitelné prášky, pasty, rozpustné prášky, granule, suspenzní koncentráty nebo emulzní koncentráty, přírodní nebo syntetické materiály impregnované účinnou látkou obecného vzorce I, nebo je tato účinná látka obecného vzorce I zapouzdřena a prostředek je ve formě mikropouzder.

Takové prostředky se připravují mícháním a/nebo triturováním účinné látky s pojidly, rozpouštědly a/nebo nosiči, popřípadě za současného použití povrchově aktivních látek a/nebo dispergačních pomocných látek a nebo pomocných látek podporujících přilnutí.

Jakožto užitečná rozpouštědla pro tento účel se příkladně uvádějí: aromatické uhlovodíky, s výhodou frakce se 7 až 12 atomy uhlíku, jako jsou například toluen, xylenové směsi a substituované naftaleny; chlorované alifatické nebo aromatické uhlovodíky, s výhodou chlorovaný ethylen, methylenchlorid nebo chlorbenzen; alifatické uhlovodíky, například cyklohexan, parafiny nebo frakce minerálního oleje; minerální nebo rostlinné oleje; alkoholy, například ethanol nebo ethylenglykol; nebo jejich ethery, například ethylenglykolmonomethylether, ethylenglykolethylether; ketony, například aceton, methylethylketon, methylišobutylketon, cyklohexanon; silně polární rozpouštědla, například N-methylpyrrolidon, dimethylformamid, dimethylacetamid, dimethylsulfoxid; estery kyseliny ftalové, například dibutylftalát nebo diolelyftalát; jakož také epoxidované rostlinné oleje, jako je epoxidovaný kokosový olej nebo sojový olej; a voda.

Jakožto vhodné nosiče se příkladně uvádějí: anorganické

prášky, jako je kaolin, kalcit, mastek, vápno, křemen, attapulgit, montmorillonit, křemelina, perlit, amorfni oxid křemičitý, oxid hlinitý, vysoce disperzní kyselina křemičitá, pemma, cihlový prášek, sepiolit, bentonit nebo písek; organické prášky, například mouce podobné prášky, připravené z rostlinných částí, jako jsou sláma nebo kokosové skořápky aobilná moučka; různé typu škrobu, zpracovaný škrob; cukr, například glukóza; práškovité nebo mleté syntetické pryskyřice například fenolové nebo močovinové pryskyřice. Může se také používat nejrůznějších anorganických nebo organických předgranulovaných materiálů.

Jakožto povrchových látek se může používat nejrůznějších neiontových, kationtových a/nebo aniontových tenzidů, které mají příznivé emulgační, dispergační a smáčecí vlastnosti. Může se také používat směsí tenzidů. Aniontovými tenzidy jsou ve vodě rozpustná mýdla, například sodné nebo draselné soli olejové nebo stearové kyseliny jakož také soli směsí přírodních mastných kyselin; Vhodnější je však používání syntetických tenzidů, zvláště sulfonátů mastných alkoholů, sulfátů mastných alkoholů, sulfonátbenzimidazolových derivátů nebo alkylarylsulfonátů. Příkladně se uvádějí vápenaté a triethanolaminové soli ligninsulfonové kyseliny, estery dodecylsírové kyseliny, sulfonové kyseliny připravené z přírodních mastných kyselin jakož také estery kyseliny sírové a adukty mastný alkohol-ethylenoxid sulfonových kyselin, dodecylbenzensulfonová kyselina nebo tributylnaftalensulfonová kyselina. Kromě toho jsou rovněž vhodné fosfáty, například soli fosfátového esteru p-nonylphenol-/4-14/ethylenoxidového aduktu.

Jakožto kationtové tenzidy mohou přicházet v úvahu kvarterní amoniové soli, které obsahují nižší alkylové skupiny substituované atomem halogenu nebo hydroxylovou skupinou a/nebo benzylovou skupinou, vázané na kvarternární atom dusíku vedle alkylové skupiny s 8 až 20 atomy uhlíku. Jakožto příklady takových tenzidů se uvádějí příkladně stearyltrimethylamoniumchlorid nebo benzyl-bis/2-chlorethyl/ethylamonium-

bromid.

Neiontovými tenzidy jsou hlavně polyoxyethylenglykol-ethery, polyoxyethylenglykolestery, jakož také estery polyvalentních alkoholů a jejich kondenzační produkty, nonylfenolpolyethoxyethanoly, polyglykolethery ricinového oleje a polypropylenpolyethylenoxidové adukty.

Jakožto vhodné dispergační prostředky se uvádějí ligninsulfonát, sulfitový louh a methylcelulóza.

Prostředky mohou obsahovat také látky podporující přilnavost, jako jsou například karboxymethylcelulóza, přírodní, syntetické, práškovité, granulární nebo latexovité polymery, jako jsou příkladně polyvinylalkohol, polyvinylacetát, avšak také přírodní fosfolipidy, například cefalin, lecithin, nebo syntetické fosfolipidy.

Kromě toho mohou herbicidní prostředky podle vynálezu obsahovat také jiné přísady, jako jsou stabilizátory, protištěpní přísady, přísady řídící viskozitu, konzervační činidla jakož také anorganické nebo organické pigmenty.

Prostředky podle vynálezu mohou také obsahovat aktivační, synergické a antidotové přísady.

Vynález rovněž zahrnuje herbicidní prostředky, které obsahují známé antidoty, jako jsou například DKA-24 /N-dichloracetyl-N-allylglycin-N'-allylamid/, AD-67 /N-dichloracetyl-1-oxa-4-azaspiro-[4,5]dekan/, R-25788 /N,N-diallyl-dichloracetamid/, MG-191, II-35 nebo CGA-92194. /II-35 je N-/dichloracetyl/hexamethylenimin, CGA-92194 je N-/1,3-dioxolan-2-yl-methoxy/iminobenzenacetonitril, MG-191 je /2-dichlormethyl-2-methyl-1,3-dioxolan/.

Popřípadě se sloučenin obecného vzorce I podle vynálezu a prostředků, které je obsahují jakožto účinnou látku, může používat spolu s jinými agrochemikáliemi, jako jsou například herbicidy, fungicidy, insekticidy, miticidy, nematocidy, antivirová činidla, prostředky k regulaci růstu rostlin a ataktanty.

Prostředky podle vynálezu obsahují s výhodou hmotnostně 0,01 až 95 % a především hmotnostně 2 až 80 % účinné látky obecného vzorce I podle vynálezu nebo jen účinnou látku a antidot, hmotnostně 5 až 99,9 % kapalného nebo pevného nosiče a hmotnostně 0 až 30 %, s výhodou 0,1 až 25 % povrchově aktivní látky nebo jiných přísad. V prostředcích, které obsahují antidot, může být antidot k účinné látce ve hmotnostním poměru 1 : 1 až 50 : 1.

Následně se uvádějí obzvláště výhodná složení prostředků podle vynálezu, přičemž jsou procenta míněna vždy hmotnostně:

1. Roztoky

1 až 30 %, s výhodou 5 až 25 %	účinné látky
1 až 90 %, s výhodou 0 až 85 %	rozpouštědla
0 až 99 %, s výhodou 0 až 95 %	povrchově aktivní látky

2. Emulgovatelné koncentráty

1 až 20 %, s výhodou 5 až 10 %	účinné látky
1 až 30 %, s výhodou 5 až 20 %	povrchově aktivní látky
50 až 94 %, s výhodou 70 až 85 %	kapalného nosiče

3. Smáčitelné prášky

0,5 až 90 %, s výhodou 20 až 80 %	účinné látky
0,5 až 20 %, s výhodou 5 až 15 %	povrchově aktivní látky
5 až 95 %, s výhodou 15 až 90 %	pevného nosiče

4. Suspenzní koncentráty

5 až 75 %, s výhodou 10 až 50 %	účinné látky
25 až 95 %, s výhodou 30 až 80 %	vody
1 až 40 %, s výhodou 5 až 20 %	povrchově aktivní látky

5. Prášek

0,5 až 10 %, s výhodou 0,5 až 5 %	účinné látky
90 až 99,5 %, s výhodou 95 až 99 %	pevného nosiče

6. Granule

0,5 až 30 %, s výhodou 1 až 15 %	účinné látky
70 až 99,5 %, s výhodou 85 až 95 %	pevného nosiče

Herbicidní prostředky podle vynálezu se mohou ředit na hmotnostní obsah účinné látky 0,01 % před svým použitím.

Prostředky se mohou nanášet na ošetřované místo po zředění nebo bez zředění o sobě známými způsoby, například nastříkáním, poprášením, rozprášením, postřikem nebo způsobem ultranízkého objemu. Herbicidní prostředky, obsahující jakožto účinnou látku nové deriváty sulfonylmočoviny obecného vzorce I mají vynikající herbicidní působení se zřetelem jak na jednoděložní tak dvouděložní, jednoleté nebo několikaleté plevelné rostliny. Prostředky podle vynálezu se mohou používat před vzejitím nebo po vzejití.

Při ošetřování před vzejitím plevelných rostlin v případě půdy bez porostu, rostliny vzejdou a vyvíjí se do fáze děložních lístků, pak se jejich růst zastaví a ony zmizí částečně nebo plně v průběhu 3 až 6 týdnů. Při ošetření po vzejití plevelných rostlin, zastaví se růst těchto rostlin po nanesení herbicidního prostředku a rostliny zmizí zcela nebo částečně v průběhu 1 až 4 týdnů. Pro herbicidní prostředek podle vynálezu je charakteristické, že vykazuje působení i při nanesení v mimořádně malém množství. V závislosti na ošetřované plevelné rostlině je herbicidní působení velmi dobré i v tak malých dávkách, jako je 0,01 až 2,0 kg/ha. Důležité pěstované rostliny, například pšenice, kukuřice, ječmen, rýže a soja herbicidnímu prostředku podle vynálezu plně odolávají; prostředky podle vynálezu jsou proto vynikajícím způsobem užitečné pro ničení jednoděložních a dvouděložních plevelných rostlin jednoletých i několikaletých, které dosud byly neničitelné nebo jen obzvláště obtížně ničitelné ve shora uvedených kulturních plodinách. Kulturní rostliny nejsou však omezeny jen na shora uvedený výčet. V závislosti na použité účinné látce v dávkách 0,05 až 2,0 kg/ha se sloučenin podle vynálezu může používat k totálnímu ničení plevelných rostlin.

Jakožto obzvláště výhodné herbicidní prostředky obsahující sulfonylmočoviny obecného vzorce I jakožto účinnou látku se jeví sloučeniny, které se v půdě rychle rozkládají pokud se jich používá po vzejití, takže se ošetřené pozemky mohou osít jinou plodinou bezprostředně po sklizni jedné rostliny. Tento rozklad účinné látky v půdě je rychlejší než v pří-

padě známých, obchodně dostupných sulfonylmočovín.

Způsob přípravy a použití účinných látek/sloučenin obecného vzorce I a herbicidních prostředků podle vynálezu objasňují následující příklady praktického provedení, které však nejsou míněny jako omezení vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Příprava 3-ethoxymethyl-1-/2-methoxykarbonylfenylsulfonyl/-3-/4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl/močoviny /sloučenina číslo 8/

Po přidání 0,01 g DABCO katalyzátoru do roztoku obsahujícího 3,96 g /20 mmol/ 2-ethoxymethylamino-4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazinu v 50 ml bezvodého diethyletheru, 5,3 g /22 mmol/ 2-methoxykarbonylfenylsulfonylisokyanátu, rozpuštěného ve 20 ml bezvodého diethyletheru se po kapkách přidá do uvedeného roztoku při teplotě místnosti za míchání. Reakční směs se míchá po dobu 6 hodin, přičemž se začne vysrážet produkt. Příští den se krystalická sraženina odfiltruje, promyje se malým množstvím diethyletheru a vysuší se při teplotě místnosti, čímž se získá 6,5 g /74 % teorie/ 3-ethoxymethyl-1-/2-methoxykarbonylfenylsulfonyl/-3-/4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl/močoviny o teplotě tání 105 až 106 °C.

Příklad 2

Příprava 3-ethoxymethyl-1-/2-chlorfenylsulfonyl/-3-/4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl/močovina /sloučenina číslo 4/

Přidá se 3,96 g /20 mmol/ 2-/ethoxymethyl/amino-4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazinu do roztoku 6,23 g /20 mmol/ fenyl-N-/2-chlorfenylsulfonyl/karbamátu ve 120 ml bezvodého benzenu. Směs se míchá při teplotě 75 až 80 °C po dobu 8 hodin, pak se odpaří k suchu. Po překrystalování zbytku z diethyletheru se

získá 5,06 g /61 % teorie/ 3-ethoxymethyl-1-/2-chlorfenylsulfonyl/-3-/4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl/močoviny o teplotě tání 123 °C.

Příklad 3

Příprava 3-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-1-/2-chlorfenylsulfonyl/-3-/ethoxymethyl/močoviny /sloučenina číslo 2/

4,87 g /20 mmol/ N-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-N-/ethoxymethyl/karbamoylchloridu, rozpuštěného v 10 ml dimethylformamidu, se po kapkách vnese do roztoku, obsahujícího 4,27 g /20 mmol/ 2-chlorbenzensulfonamidové sodné soli ve 25 ml bezvodého, předestilovaného dimethylformamidu, při teplotě 5 až 10 °C za míchání. Po ukončeném přidávání se směs míchá při teplotě mostnosti po dobu tří hodin, pak se vlije do 250 ml ledové vody. Sraženina se odfiltruje, promyje se malým množstvím vody, vysuší se a pak se překrystaluje ze směsi ethylacetátu a diethyletheru, čímž se získá 3,34 g /42 % teorie 3-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-1-/2-chlorfenylsulfonyl/-3-/ethoxymethyl/močoviny o teplotě tání 118 až 119 °C.

Příklad 4

Příprava 3-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-3-ethoxymethyl-1-/2-methoxykarbonylfenylsulfonyl/močoviny /sloučenina číslo 6/

Po přidání 3,1 g /10 mmol/ fenyl-N-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-N-/ethoxymethyl/karbamátu do roztoku 2,15 g /10 mmol/ 2-methoxykarbonylbenzensulfonamidu a 1,52 g /10 mmol/ 1,8-diazabicyklo[5.4.0]undec-7-enu ve 25 ml bezvodého dihexanu se reakční směs míchá při teplotě 30 až 35 °C po dobu 10 hodin, pak se vlije do 200 ml vody. Po nastavení hodnoty pH na 6,5 se sraženina odfiltruje, vysuší se a překrystaluje se ze směsi chloroformu a hexanu, čímž se získá 1,59 g /37,6 % teorie/ 3-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-3-ethoxymethyl-1-/2-methoxykarbonylfenylsulfonyl/močoviny o teplotě tání 124

až 126 °C.

Příklad 5

Příprava 3-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-3-methoxymethyl-1-/2-methoxykarbonylfenylsulfonyl/močoviny /sloučenina číslo 5/

Směs, obsahující 4,3 g /20 mmol/ 2-methoxykarbonylbenzonsulfonylchloridu, 3,67 g /22 mmol/ 4,6-dimethyl-2-/methoxymethyl/aminopyrimidinu a 3,24 g /40 mmol/ kyanátu draselného ve 30 ml bezvodého acetonitrilu, se udržuje na teplotě 81 °C za intenzivního míchání po dobu dvou hodin. Po odfiltrování vysrážené anorganické soli se filtrát odpaří, zbytek se opět suspenduje ve 30 ml vody, pak se sraženina odfiltruje, vysuší a překrystaluje se ze směsi ethylacetátu a diethyletheru, čímž se získá 5,4 g /66,2 % teorie/ 3-/4,6-dimethylpyrimidin-2-yl/-3-methoxymethyl-1-/2-methoxykarbonylfenylsulfonyl/močoviny o teplotě tání 133 až 135 °C.

Podobně, jako je popsáno ve shora uvedených příkladech, se připraví následující sloučeniny:

Sloučeniny obecného vzorce I, kde X znamená atom kyslíku

Sloučenina číslo	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	E	Teplota tání °C
1	Cl	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH	126 - 128
2	Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	CH	118 - 119
3	Cl	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	N	130 - 135
4	Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃ O	N	123 - 124
5	COOCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH	133 - 135
6	COOCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	CH	124 - 126
7	COOCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	N	112 - 115
8	COOCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃ O	N	105 - 106
9	COOCH ₃	H	C ₄ H ₉	CH ₃	CH ₃ O	N	100 - 102
10	COOCH ₃	H	C ₄ H ₉	CH ₃	CH ₃ O	N	103 - 104
11	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃ O	N	125 - 127

Příklad 6

Příprava smáčitelného prášku

Složky v gramech

účinná látka připravená podle příkladu 2	20
silikátový nosič /Zeolex 444/	80
křemelina	80
elifatický sulfonát sodný jakožto smáčedlo /Netzer IS/	4
kresolformaldehydsulfonát jakožto dispergační prostředek /dispergační prostředek 1494/	6
práškovitý sulfitový louh /Borresperse NA/	10

Práškovitá směs se drtí v laboratorním kulovém mlýnu po dobu 30 minut, pak se mele na jemné částice v laboratorním mlýnu Alpine 63 C při rychlostním stupni 70. Takto získaný smáčitelný prášek obsahuje sloučeninu číslo 4 z tabulky I jakožto účinnou látku ve hmotnostním množství 10 %.

Vzplývavost /v 1% koncentraci/: 86,5 %

Mokrý zbytek na sítu /síto DIN 10/: 0,27 %.

Příklad 7

Příprava smáčitelného prášku /50 WP/

Složky v gramech

účinná látka podle příkladu 3	100
syntetický silikátový nosič /Zeolex 444/	30
křemelina	50
elifatický sulfonát sodný /Netzer IS/	4
kresolformaldehydsulfonát	6
práškovitý sulfitový louh	10

Postupuje se způsobem podle příkladu 6. Tak se získá smáčitelný prášek, který jako účinnou látku obsahuje sloučeninu číslo 2 z tabulky I ve hmotnostním množství 50 %.

Vzplývavost /v 1% koncentraci/: 82,9 %

Mokrý zbytek na sítu /síto DIN 100/: 0,043 %.

Příklad 8

Příprava smáčitelného prášku /85 WP/

Složky v gramech

účinná látka podle příkladu 4	170
syntetický nosič na bázi silikátu /Sipernat 50 S/	20
natriumoleylmethyllaurát /Arkopon T plv./	4
kresolformaldehydsulfonát	6

Postupuje se způsobem podle příkladu 6. Tak se získá práškovitý produkt obsahující sloučeninu číslo 6 podle tabulky I jakožto účinnou látku ve hmotnostním množství 85 %.

Vzpěvavost /v 1% koncentraci/: 82,9 %

Mokrý zbytek na sítu /síto DIN 100/: 0,43 %.

Příklad 9

Příprava emulgovatelného koncentrátu /5 EC/

Složky v gramech

účinná látka podle příkladu 1	5
xylen	70
cyklohexanon	15
kalciumdodedylbenzensulfonát /Emulsogen IP 400/	8
polyglykolester mastné kyseliny /Emulsogen EL 400/	2

Účinná látka se rozpustí ve směsi xylenu a cyklohexanonu za míchání a přidá se 8 g Emulsogenu IP 400 a 2 g Emulsogenu EL 400 jakožto emulgační činidla. Po homogenizaci se směs zfiltruje.

Takto získaný emulgovatelný koncentrát obsahuje sloučeninu číslo 8 z tabulky I jakožto účinnou látku ve hmotnostním množství 5 %.

Stálost emulze /1% koncentrát v CIPAC A a CIPAC D vodě/: stálá po dvou hodinách.

Reversibilné zkrémovatelnost se pozoruje po 24 hodinách.

Příklad 10

Příprava poprašového prášku /5D/

Složky v gramech

mastek		20
silikát	/Sjpernat 50 S/	30
účinná látka podle příkladu 5		50
vápenec /M10/		900

Připraví se směs účinné látky podle příkladu 5, syntetického silikátového nosiče a mastku a drtí se v laboratorním kulovém mlýnu, pak se směs jemně mele v laboratorním mlýnu Alpine 63 C. Směs se pak homogenizuje s vápencem v laboratorním práškovém mixeru.

Tak se získá poprašový prášek obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 5 podle tabulky I ve hmotnostním množství 5 %.

Zbytek na sítu /síto DIN 100/: 0,12 %.

Příklad 11

Příprava suspenzního koncentrátu /5 FW/

Složky v gramech

účinná látka podle příkladu 2	10
slunečnicový olej	168
organofilní bentonit /Ivegel/	2
polyethylenalkylether, polyoxyethylenovaný ricinový olej, ethoxylované mastné kyseliny a sulfojantarán sodný /Sorpel 3815/	20

Účinná látka, slunečnicový olej, organofilní bentonit /Ivegel/ a Sorpel 3815 jakožto emulgační činidlo se odváží do laboratorního kuličkového mlýnu. Suspenzí koncentrát se mele spolu s objemově 65 % skleněných kuliček o průměru 1,0 až 1,5 mm při počtu otáček 775/min po dobu 30 minut.

Takto získaný suspenzní koncentrát obsahuje jakožto

účinnou látku sloučeninu číslo 4 podle tabulky I ve hmotnostním množství 5 %.

Stabilita /1% koncentrát v CIPAC a CIPAC D vodě/: stálý po 30 minutách.

Příklad 12

Příprava suspenzního koncentrátu /40 FW/

Složky v gramech

účinná látka podle příkladu 1	80
syntetický silikát /Zeolex 444/	6
natriumoleylmethyлтаurid /Arkopon T plv/	4
nonylfenolpolyglykoether /Arkopal N 100/	10
2% roztok xanthanové klovatiny /Kelzen S/	10
voda	80

Odváží se 80 g účinné látky, připravené způsobem podle příkladu 1, syntetický silikát /Zeolex 444/, natriumoleylmethyлтаurid /Arkopon T/ a nonylfenolpolyglykoether /Arkopal N 100/ jakožto smáčecí dispergační prostředek a 80 g vody do laboratorního kuličkového mlýnu. Po homogenizaci se suspenzní koncentrát mele spolu s objemově 70 % skleněných kuliček o průměru 1,0 až 1,5 mm po dobu 30 minut. Po mletí a oddělení kuliček se směs homogenizuje se 20 g 2% roztoku xanthanové klovatiny /Kelzen S/ za intenzivního míchání.

Tak se získá suspenzní koncentrát obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 8 podle tabulky I ve hmotnostním množství 40 %.

Vzplývavost /v 1% koncentraci/: 97,3 %

Velikost částic /pod 10 mikrometrů/: 91,6 %

Příklad 13

Příprava ve vodě dispergovatelných granulí /75 WDG/

Složky v gramech

Sloučenina č. 3 podle tabulky I jakožto účinná látka	375
syntetický silikátový nosič	55
polyvinylpyrrolidon /K 30, produkt společnosti SASF/	20
alkylfenoletherfosfát /Atlox 5330, produkt ICI/	30
směs polyalkylenglykoetheru a polymethylenalkylaryletheru /Atlox 4896, produkt ICI	20
voda	180

Předemele se 375 g sloučeniny číslo 3 podle tabulky I jakožto účinná látka s 55 g syntetického silikátového nosiče v laboratorním kulovém mlýnu a pak se směs mele na jemné částice v mlýnu Alpine 63 C za rychlostního stupně 80. Připraví se granulační kapalina rozpuštěním 20 g polyvinylpyrrolidonu, 30 g alkylfenoletherfosfátu a 20 g směsi polyalkylenglykoetheru a polymethylenalkylaryletheru ve 180 ml vody. Prášková směs se zavede do granulační jednotky typu FPG 0,5, periodicky pracující za fluidizační atomizací a uvede se do fluidizovaného stavu regulací proudu vzduchu, zaváděného o teplotě 60 až 65 °C. Jakmile vstupní teplotě dosáhne 30 °C, započne odpařování granulační kapaliny za tlaku 0,15 MPa a objem toku vzduchu se zvyšuje v závislosti na růstu částic. Po zavedení granulační kapaliny pokračuje vysoušení až do výstupní teploty 36 až 38 °C.

Takto připravené granule obsahují jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 3 podle tabulky I ve hmotnostním množství 75 %.

Vzplývavost /v 1% koncentraci po 30 minutách/: 93,7 %

Velikost částic mezi 0,2 až 1,0 mm: alespoň 75 %.

Příklad 14

Příprave ve vodě dispergovatelných granulí /25 WDG/

Složky v gramech

sloučenina číslo 7 podle tabulky I jakožto účinná látka	125
syntetický silikátový nosič	250
maltodextrinové pojídlo	75
ligninsulfonát /Sorpel 9D 47 K, produkt Toko/	30
polyoxyethylenpolyalkylarylfenoethersulfát /Sorpel 5096, produkt Toko/	20

Sloučenina číslo 7 podle tabulky I jakožto účinná látka, syntetický silikátový nosič, maltodextrinové pojídlo a ligninsulfonát /Sorpel 9D 47 K, produkt Toko/ a polyoxyethylenpolyalkylarylfenolsulfát /Sorpel 5096, produkt Toko/ jakožto tenzid se odváží do laboratorního kulového mlýnu. Mele se po dobu 30 minut, načež se prášková směs mele na jemno v laboratorním mlýnu Alpine 63 C. Pak se směs zavede do fluidizační jednotky FPG 0,5, pracující periodicky za fluidizační atomizace a uvede se do fluidizovaného stavu regulací proudu vzduchu o vstupní teplotě 60 °C.

Granulace se provádí za rozprašování vody, když výstupní teplota dosáhne 28 až 30 °C. Po dosažení žádané velikosti částic 0,5 mm se rozprašování vody zastaví a pokračuje se v sušení až do chvíle, kdy výstupní teplota dosáhne 36 až 38 °C.

Takto získaná granule obsahuje jako účinnou látku sloučeninu číslo 7 podle tabulky I ve hmotnostním množství 25 %.

Vzplývavost /v 1% koncentraci po 30 minutách/: 91,85 %

Velikost částic mezi 0,2 až 1,0 mm: alespoň 95 %.

Příklad 15

Příprava suspenzního koncentrátu /14,5 FW/

Složky v gramech

sloučenina číslo 8 podle tabulky I jakožto účinná látka	2,0
DKA-24 /N-dichloracetyl-N-allylglycin-N'-allylamid/ jakožto antidot	12,5
Zeolex 444 jakožto nosič	11,6

monoethylenglykol	15,0
Arkopon T, smáčedlo	3,0
Arkopol N-090 /nonylphenylpolyglykolether/ jakožto dispergační činidlo	6,0
voda	39,9
hmotnostně 2% roztok xanthanové klovatiny jakož- to zahušťovadlo	10,0

Způsobem, popsáním v příkladu 12, se připraví suspenzní koncentrát obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 8 podle tabulky I a DKA-24 antidot v celkovém množství hmotnostně 14,5 ve hmotnostním poměru 1 : 6,25.

Příklad 16

Příprava suspenzního koncentrátu /27,0 FW/

Složky v gramech

sloučenina číslo 8 podle tabulky I jakožto účinná látka	2,0
R-25788 /N,N-diallyldichloracetamid/ jakožto antidot	25,0
Zeolex 444 jakožto nosič	5,0
monoethylenglykol	10,0
Arkopon T jakožto smáčedlo	2,5
Arkopol N-090 jakožto dispergační prostředek	5,5
voda	42,0
hmotnostně 2% roztok xanthanové klovatiny jakožto zahušťovadlo	8,0

Postupuje se způsobem podle příkladu 12 a tak se získá suspenzní koncentrát obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 8 podle tabulky I a R-25788 antidot v celkovém množství hmotnostně 27 % ve hmotnostním poměru 1 : 12,5.

Příklad 17

Příprava smáčitelného prášku /20,25 WP/

Složky v gramech

sloučenina číslo 4 podle tabulky I jakožto účinná látka 1,50
AD-67 /N-dichloracetyl-1-oxa-4-azaspiro[4.5]dekan/

jakožto antidot	18,75
Zeolex 444 jakožto nosič	34,75
křemelina	33,00
Netzer IS jakožto smáčedlo	3,00
Dispergiermittel 1494 jakožto dispergační činidlo	4,00
práškový sulfitový louh jakožto dispergační prostředek	5,00

Způsobem popsáným v příkladu 6, se získá smáčitelný prášek obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 4 podle tabulky I a AD-67 antidot v celkovém hmotnostním množství 20,25 % ve hmotnostním poměru 1 : 12,5.

Příklad 18

Příprava ve vodě dispergovatelných granulí /13,5 WDG/

Složky v gramech

sloučenina číslo 6 podle tabulky I jakožto účinná látka	1,0
CGA-92194 /N-/1,3-dioxolan-2-yl-methoxy/imino-benzen-acetonitril/7 jakožto antidot	12,5
syntetický silikátový nosič	61,5
maltodextrin jakožto pojídlo	15,0
lignosulfonát /Sorpel 90 47 K/	6,0
polyoxyethylenpolyalkylarylfenylethersulfát /Soropol 5096/	4,0

Postupuje se způsobem podle příkladu 14, čímž se získá jí ve vodě dispergovatelné granule obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 6 podle tabulky I a jakožto antidot CGA-92194 v celkovém hmotnostním množství 13,5 % ve hmotnostním poměru 1 : 12,5.

Příklad 19

Příprava smáčitelného prášku /51,2 WP/

Složky v gramech

sloučenina číslo 2 podle tabulky I jakožto účinná látka	20,0
DKA-24 jakožto antidot	31,2
Zeolex 444 jakožto nosič	14,4
křemelina jakožto nosič	24,4
Netzer IS jakožto smáčedlo	2,0
kresolformaldehydsulfonát	3,0
práškový sulfitový louh jakožto dispergační prostředek	5,0

Způsobem podle příkladu 6 se získá smáčitelný prášek obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 2 podle tabulky I a antidot /DKA-24/ v celkovém hmotnostním množství 51,2 % při hmotnostním poměru 1 : 1,56.

Příklad 20

Příprava smáčitelného prášku /24,75 WP/

Složky v gramech

sloučenina číslo 2 podle tabulky I jakožto účinná látka	6,00
MG-191 /2-dichlormethyl-2-methyl-1,3-dioxolan/ jakožto antidot	18,75
Zeolex 444 jakožto nosič	33,00
křemelina jakožto nosič	32,25
Netzer IS jakožto smáčedlo	2,00
Dispergiermittel 1494 jakožto dispergační činidlo	3,00
práškový sulfitový louh jakožto dispergační činidlo	5,00

Způsobem podle příkladu 6 se získá smáčitelný prášek obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 2 podle tabulky I a antidot MG-191 v celkovém hmotnostním množství 24,75 % ve hmotnostním poměru 1 : 3,125.

Příklad 21

Příprava poprašového prášku /5,2 D/

Složky v gramech

sloučenina číslo 5 podle tabulky I jakožto účinná látka	2
AD-67 jakožto antidot	50
mastek	19
syntetický silikátový nosič /Pipernat 50 S/	29
vápenec /M 10 typ/	900

Způsobem podle příkladu 10 se získá poprašový prášek obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 5 podle tabulky I a antidot AD-67 v celkovém hmotnostním množství 5,2 % ve hmotnostním poměru 1 : 25.

Příklad 22

Příprava smáčitelného prášku /21 WP/

Složky v gramech

sloučenina číslo 6 podle tabulky I jakožto účinná látka	1,0
DKA-24 jakožto antidot	20,0
Zeolex 444 jakožto nosič	30,0
křemelina jakožto nosič	39,5
Dispergiermittel 1494 jakožto dispergační prostředek	3,0
Netzer IS jakožto smáčedlo	2,0
práškový sulfitový loup	4,5

Způsobem podle příkladu 6 se získá smáčitelný prášek obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 6 podle tabulky I a DKA-24 jakožto antidot v celkovém hmotnostním množství 21 % ve hmotnostním poměru 1 : 20.

Příklad 23

Příprava poprašového prášku /6 D/

Složky v gramech

sloučenina číslo 4 podle tabulky I jakožto účinná látka	10
DKA-24 jakožto antidot	50
mastek	15
syntetický silikátový nosič /Sipernat 50 S/	25
vápenec /M 10 typ/	900

Způsobem podle příkladu 10 se získá poprašový prášek obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo 4 podle tabulky I a antidot DKA-24 v celkovém hmotnostním množství 6 % ve hmotnostním poměru 1 : 5.

Příklad 24

Příprava suspenzního koncentrátu

Složky v gramech

sloučenina čísl ⁵ 2 podle tabulky I jakožto účinná látka	2
DKA-24 jakožto antidot	20
Zeolex 444 jakožto nosič	6
Arkopon T jakožto smáčedlo	4
Arkopol N-100 jakožto smáčedlo	10
hmotnostně 2% roztok xanthanové klovatiny jakožto zahusťovadlo	10
voda	48

Způsobem podle příkladu 12 se získá suspenzní koncentrát obsahující jakožto účinnou látku sloučeninu číslo ⁵2 podle tabulky I a antidot DKA-24 v celkovém hmotnostním množství 22 % ve hmotnostním poměru 1 : 10.

Příklad 25

Zkoušení vlivu po vzejití ve skleníku /vliv na vzešlé rostliny/

Semena zkoušených rostlin se vysejí do směsi obsahující 1/3 písku, 1/3 jílu a 1/3 černozemi v nádobách z plastické hmoty o obsahu 200 ml opatřených 4 otvory ve dnu.

Po vysetí se půda a malé rostlinky, případně vzešlé rostlinky deně kropí při teplotě 20 až 26 °C za přírodního osvětlení doplněného osvětlováním po dobu 4 hodin. Prostředek 10 WP, připravený ze sloučenin číslo 3, 5, 6, 7 a 8 podle tabulky I podle příkladu 6 se nastříká, za použití 1000 litrů na hektar vody pod tlakem 0,4 MPa na rostliny ve stavu 2 až 4 listů za použití skleníkové stříkačky.

Poškození zkoušených rostlin se hodnotí druhý a čtvrtý týden po postřiku. Poškození rostlin se uvádějí v procentech: 0 % znamená, že nedošlo k žádnému poškození a 100 % znamená dokonalé zničení rostliny.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce II. Je zřejmé, že prostředky podle vynálezu mají dobré herbicidní působení a vykazují příznivou selektivitu se zřetelem na kultivované rostliny. Jakožto obzvláště účinná se jeví sloučenina číslo 3, 7 a 8.

V prvním sloupci tabulky II a následujících tabulek se římská číslíce I vztahuje k tabulce I a arabská číslíce se vztahuje na číslo sloučeniny v tabulce I.

Tabulka II

Zkouška po vzejití

Sloučenina Dávka		Poškození zkoušené rostliny v procentech								
číslo v tabulce I	g/ha	ORYS	STEM	ECHC	GALA	MAII	ZEAM	HELA	GLYM	TRIE
I/3	270	30	100	80	100	100	20	100	80	0
	90	0	100	60	80	100	0	100	30	0
	30	0	100	0	40	90	0	40	30	0
	10	0	100	0	30	30	0	0	0	0
I/5	270	100	100	100	80	100	100	100	100	100
I/6	270	90	100	100	35	70	100	100	80	100
	90	80	100	100	30	50	90	100	50	90
I/7	270	10	100	100	60	100	10	100	70	0
	90	10	100	100	50	100	10	100	60	0
	30	0	100	20	25	90	0	40	0	0
	10	0	100	0	0	30	0	40	0	0
I/8	270	20	100	100	70	100	100	100	90	0
	90	20	100	90	50	100	20	100	60	0
	30	0	100	30	40	90	10	100	40	0
	10	0	100	0	30	90	0	70	10	0

Zkratky v tabulce II mají tento význam

ORYS	Oryza sativa	MAII	Matricaria inodor
ECHC	Echinochloa c.g.	HELA	Helianthus annuus
TRIE	Triticum aestivum	STEM	Stellaria media
GALA	Galium aparine	ZEAM	Zea mays
GLYM	Glycine max		

Příklad 26

Zkoušení vlivu před vzejitím ve skleníku

Semena zkoušených rostlin se vysejí vždy třikrát do středně nepropustné lesní půdy umístěné v papírových krabicích s perforovaným dnem do výšky 7 cm a o ploše 200 cm². Krabice odděleně ošetřované se umístí na misky z plastické hmoty vybavené smáčecí látkou. Po vysetí, před vzejitím se rostliny ošetří prostředkem 10 WP připraveným ze sloučeniny číslo 7 podle tabulky I podle příkladu 6 zároveň s vodou v množství odpovídajícím 1200 litrů na hektar povrchu půdy v krabicích za použití skleníkové mikrosktríkačky. Doplnění vodou zajišťuje udržování smáčecí látky v mokřem stavu. Zkouška se provádí při teplotě 20 až 28 °C za přírodního světla doplňovaného osvětlením po dobu 4 hodin. Herbicidní působení sloučeniny číslo 7 podle tabulky I se hodnotí 4 týdny a 6 týdnů po postřiku. Výsledky jsou uvedeny v tabulce III:

Tabulka III

Působení před vzejitím		Poškození zkoušené rostliny v procentech				
Sloučenina číslo /v tabulce I/	Dávka	Solanum migrum	Digitaria adans	ECHC	STEM	TRIE
I/7	250	70	50	20	100	0
	1000	100	60	40	100	0

Příklad 27

Výzkum vlivu na pěstované rostliny v kultivační komoře pro rostliny

Do kultivačních nádob z plastické hmoty se odváží vždy 400 g půdy z povrchu pole /hodnota pH 6,5, propustnost 50 a obsah humusu 1,4 %/; povrch každé nádoby je 0,8 dm², přičemž je každá vyložena polyvinylchloridovou fólií. Na tuto půdu se vloží vždy 10 semen kukuřice Pi-3737, 100 semen slunečnice "IREG", 50 semen čiroku SA-114 a 1 g červeného prosa.

Semena se pokryjí vždy 100 g půdy a provede se ošetření. V průběhu tohoto ošetření 10, 20, 40, 80, 160 nebo 320 g/ha dávky ve vodě dispergovatelných granulí /75 WDH/, připravených způsobem podle příkladu 13, vždy za použití sloučeniny číslo 2, 4, 6, 5 a 8, jakož také Ally, Tell, Granstar, Glean, Logran a SL-950 jakožto kontrolních prostředků se nanese vždy čtyřikrát. Ošetřený povrch půdy se opět pokryje dalšími 100 g půdy na každou nádobu.

Nádoby se umístí do komory pro pěstování rostlin, denně se kropí až po svoji kapacitu přijímání vody a pěstují se za HGME/D 400 lamp nahrazujících sluneční světlo za denního osvitu v periodě 16 hodin. Zkoušky se hodnotí 10. den po vysetí a stanovuje se zelená hmotnost slunečnice, čiroku a prosa a zelená hmotnost a délka stonku kukuřice. Výsledky jsou uvedeny v tabulce IV s označením "setí I".

Semena kukuřice, slunečnice a prosa se opětovně vysejí 6. krát do půdy a zkouška se hodnotí. Výsledky tohoto hodnocení jsou uvedeny v tabulce V až IX s označením "setí II, III, IV, V, VI". Od "setí I" po hodnocení "setí VI" uplynulo 76 dní.

V tabulce IV se uvádí vývoj zelené hmotnosti kukuřice Pi-3737 a slunečnice "IREG" pod vlivem ošetření /tento vývoj je dán jako procento ve srovnání s neošetřenou kulturní rostlinou/.

V tabulce IV /pokračování/ se uvádí vývoj zelené hmotnosti prosa a čiroku pod vlivem ošetření /tento vývoj je dán jako procento ve srovnání s neošetřenou kulturní rostlinou/.

Tabulka IV

Ošetření	Zelená hmotnost kukuřice						Zelená hmotnost slunečnice					
	Dávka účinné látky /g/ha/											
	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320
Ally	59	48	18	8	1	-	70	77	67	58	68	40
I/8	77	78	78	56	44	12	119	91	79	88	68	60
I/4	81	81	82	56	33	29	145	112	112	81	72	68
I/6	84	60	22	10	3	11	121	107	97	53	65	60
I/2	98	107	95	86	71	55	125	112	109	88	53	84
I/5	62	74	22	6	8	-	83	86	61	74	70	59
Glean	66	37	16	10	7	-	60	56	49	47	53	77
Tell	108	107	85	82	81	70	65	67	82	63	58	51
Logran	80	81	62	40	37	41	61	67	74	70	60	56
SL-950	96	112	111	108	99	96	111	114	102	81	50	56
Granstar	84	86	100	88	57	30	119	102	107	97	98	60

Tabulka IV /pokračování/

Ošetření	Zelená hmotnost prose						Dávka účinné látky (g/ha)						Zelená hmotnost čiroku											
	10		20		40		80		160		320		10		20		40		80		160		320	
Ally	24	76	46	67	26	13	97	83	77	56	27	7	97	83	77	56	27	7	97	83	77	56	27	7
I/8	9	21	28	52	18	14	147	126	152	141	80	84	147	126	152	141	80	84	147	126	152	141	80	84
I/4	66	32	41	27	62	26	153	144	169	125	115	165	153	144	169	125	115	165	153	144	169	125	115	165
I/6	15	61	43	50	22	6	132	102	68	14	-	-	132	102	68	14	-	-	132	102	68	14	-	-
I/2	66	69	85	89	67	35	136	107	107	116	94	111	136	107	107	116	94	111	136	107	107	116	94	111
I/5	78	61	88	45	6	6	115	58	19	8	-	2	115	58	19	8	-	2	115	58	19	8	-	2
Glean	48	67	96	42	39	21	129	85	67	67	75	46	129	85	67	67	75	46	129	85	67	67	75	46
Tell	66	16	51	7	45	31	80	63	16	-	-	1	80	63	16	-	-	1	80	63	16	-	-	1
SL-950	80	40	55	34	57	15	118	91	108	54	21	17	118	91	108	54	21	17	118	91	108	54	21	17
Granstar	23	77	77	69	81	64	133	103	158	139	127	91	133	103	158	139	127	91	133	103	158	139	127	91
Logran	38	19	3	50	73	45	104	97	117	113	90	80	104	97	117	113	90	80	104	97	117	113	90	80

Tabulka V
Výsledky setí II.

Ošetření	Želéná hmotnost kukuřice					Želéná hmotnost slunečnice				
	Dávka účinné látky (g/ha)					Dávka účinné látky (g/ha)				
	10	20	40	80	160	320	10	20	40	
Ally	133	105	107	51	35	58	46	53	72	
I/8	126	109	116	100	109	65	75	72	58	
I/4	104	84	125	90	120	84	100	117	121	
I/6	102	137	120	83	35	10	75	100	102	
I/2	91	111	127	123	118	116	65	88	124	
I/5	137	121	127	58	19	23	88	129	83	
Glean	98	88	65	46	19	12	70	60	63	
Tell	127	147	130	132	118	121	56	93	81	
Logran	133	114	116	120	100	47	46	56	56	
SL-950	93	100	107	127	102	130	77	88	82	
Granstar	107	130	137	88	116	139	61	77	112	

Tabulka V /překračování/

Ošetření	Zelená hmotnost slunečnice			Dávka účinné látky (g/ha)					Zelená hmotnost čiroku						
	80	160	320	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320
Ally	58	42	47	105	87	74	62	17	13						
I/8	68	-	75	97	82	102	35	76	100						
I/4	128	122	113	99	85	85	129	129	104						
I/6	61	70	58	107	51	96	41	10	-						
I/2	114	79	82	-	58	30	97	86	98						
I/5	56	51	47	88	81	82	38	2	-						
Glean	53	58	79	-	136	85	95	72	60						
Tell	77	56	68	40	96	84	64	8	-						
Logran	49	74	67	-	106	91	73	65	69						
SL-950	58	86	58	42	84	89	65	34	32						
Granstar	95	95	95	11	87	91	99	73	129						

Tabulka VI
Výsledky setí III

Ošetření	Zelená hmotnost kukuřice						Zelená hmotnost slunečnice						Zelená hmotnost čiroku					
	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320
	Dávka účinné látky (g/ha)																	
Ally	90	92	68	73	17	22	49	46	48	43	40	61	99	85	78	65	25	36
I/8	85	107	88	89	66	93	81	77	73	56	51	69	90	85	89	76	93	74
I/4	107	93	108	97	81	81	106	114	107	67	63	76	92	105	64	67	66	121
I/6	113	103	68	79	75	1	93	76	70	80	51	48	90	77	25	16	11	-
I/2	93	92	86	86	78	105	107	127	96	107	100	84	83	61	60	80	97	107
I/5	97	100	83	53	32	24	102	71	81	53	54	32	89	86	85	71	10	4
Glean	75	79	76	54	34	32	54	39	67	49	54	47	108	113	113	67	67	53
Tell	100	95	100	125	97	93	112	96	84	70	53	51	99	80	61	36	22	4
Logran	118	117	97	90	93	88	54	74	51	67	56	43	116	126	96	101	93	74
SL-950	100	97	115	113	98	109	83	120	100	107	64	61	83	96	62	54	36	12
Granstar	81	108	92	71	76	86	57	108	88	110	97	59	104	122	98	96	77	96

Výsledky setí IV

Ošetření	Zelená hmotnost kukuřice				Zelená hmotnost slunečnice				Zelená hmotnost čiroku									
	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320
Ally	75	56	39	44	14	14	43	43	37	34	40	35	75	93	59	54	46	42
I/8	95	97	62	66	66	74	63	40	55	50	37	50	108	100	96	86	90	80
I/4	81	90	70	84	56	48	85	83	72	68	38	55	89	93	92	111	93	104
I/6	97	81	74	53	30	-	65	69	55	53	43	36	70	109	86	82	12	19
I/2	92	102	73	77	67	77	75	54	83	87	74	55	38	88	90	88	90	122
I/5	60	77	71	37	1	-	93	63	72	71	32	32	84	94	70	44	7	2
Glean	63	84	53	-	25	21	52	56	66	36	47	40	120	81	108	61	66	64
Tell	60	93	99	128	70	94	73	66	52	46	57	40	101	72	76	28	24	3
Logran	55	99	95	85	51	57	44	67	53	50	41	30	98	94	107	89	89	81
SL-950	99	92	124	95	100	111	56	97	77	61	55	58	73	74	69	60	37	29
Granstar	78	109	117	106	84	79	76	75	76	60	106	72	98	101	93	99	110	103

Tabulka VII

Výsledky setí V

Ošetření			Zelená hmotnost kukuřice												Zelená hmotnost slunečnice												Zelená hmotnost čiroku											
			Dávka účinné látky (g/ha)												Dávka účinné látky (g/ha)												Dávka účinné látky (g/ha)											
			10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320												
Ally	76	87	76	71	60	31	79	71	56	69	46	63	134	137	109	84	105	52																				
I/8	109	93	93	97	87	86	86	89	90	100	74	73	101	124	144	106	134	138																				
I/4	94	107	91	96	85	85	97	131	130	114	114	71	76	96	102	124	130	118																				
I/6	96	108	101	91	57	44	66	91	86	89	76	61	50	80	79	80	54	22																				
I/2	95	86	97	83	99	94	99	104	111	115	105	81	114	123	109	121	100	108																				
I/5	119	95	107	92	87	41	107	108	115	83	82	57	64	109	73	83	24	4																				
Glean	89	83	79	57	29	24	80	98	67	51	54	51	139	59	104	144	109	93																				
Tell	93	100	88	117	103	99	71	84	98	91	87	41	87	75	72	86	63	36																				
Logran	92	108	102	98	102	92	73	70	83	79	70	148	134	86	107	105	95	117																				
SL-950	87	95	98	106	117	93	162	94	70	128	105	71	81	79	86	86	34	33																				
Granstar	95	110	98	100	99	87	115	71	88	94	120	101	151	88	87	95	106	122																				

Tabulka IX
Výsledky setí VI

Ošetření	Zelená hmotnost kukuřice						Zelená hmotnost slunečnice						Zelená hmotnost čiroku					
	Dávka účinné látky (g/ha)																	
	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320	10	20	40	80	160	320
Ally	108	113	87	83	61	50	60	79	74	77	81	52	93	123	119	104	70	53
I/8	100	90	92	76	86	85	84	86	100	97	79	71	105	103	101	82	101	95
I/4	101	91	96	101	81	81	81	109	102	132	71	66	139	110	112	90	88	86
I/6	101	102	100	97	58	93	98	135	125	109	88	79	100	106	65	89	2	54
I/2	100	103	100	89	93	85	148	88	124	96	85	90	101	127	120	115	113	89
I/5	100	113	104	91	81	29	87	82	116	140	92	69	85	112	116	87	30	7
Glean	99	100	83	96	46	29	81	90	65	72	66	82	130	129	123	96	106	102
Tell	100	89	96	126	120	124	112	137	92	90	95	81	106	93	105	122	99	52
Logran	97	96	93	108	122	102	50	92	73	55	50	58	106	119	139	103	106	95
SL-950	97	105	106	98	115	109	134	95	103	98	76	94	92	104	95	71	58	24
Granstar	95	101	93	96	97	97	92	87	102	84	105	98	112	92	105	80	106	83

Příklad 28

Zkouška herbicidní účinnosti na poli s kulturou ozimé pšenice

Provádí se herbicidní zkouška po vzejití na pozemcích se zimní pšenicí o rozloze 10 m^2 v blízkosti řeky Sebes-Körös.

Zkouška se provádí na luční půdě o hodnotě pH 6,3 obsahující 3,4 % organického materiálu. Zimní pšenice se používá jakožto zelené kulturní rostliny. Seje se 24. října do dobře zpracované suché půdy do hloubky 6 až 7 cm se vzdáleností řádek danou přímým vysetím.

Zkouška se provádí po vzejití 20. dubna. Plevelné rostliny a jejich vývojový stav v době ošetření jsou: Galium aparine - GALAP ve stadiu 4 až 6 listu; hluchavka červená, Lamium purpureum LAMPU, ve stupni kvetení; rozrazil Veronica arvensis, VERAR, ve stupni na začátku kvetení; ptačinec, Stellaria media, STEME ve stupni květu, Fumaria officinalis, FUMOF ve stadiu šestého listu, Consolida orientalis, CONOR ve stadiu 10 cm výšky tedy ve stadiu tvoření stonku; merlík, Chenopodium album, CHEAL, ve stadiu druhého až šestého listu; Bilcerdyckia convolvulus, BILCO ve stadiu druhého a třetího listu; pro provádění zkoušky se pozemek stříká pod tlakem plynného propan-butanu. Aplikují se dávky 10 až 80 g účinné látky na hektar, přičemž se používá sloučenin číslo 4, 5, 6 a 8 podle tabulky I v 500 litrech postřikové kapaliny na hektar ve formě suspenzního koncentrátu 5 FW podle příkladu 11. Pro srovnání se používá stejných dávek Logran 75 DF a Granstar 75 DF.

Herbicidní a fytotoxické působení uvedeného ošetření se hodnotí za použití stupnice od 0 /neúčinný/ po 100 /totální zničení. Toto hodnocení se provádí čtyřikrát /27. dubna, 4. května, 25. května a 28. června/, tedy ve vegetační periodě, přičemž se hodnotí počet klasů /kus/m^2 , délka klasů /cm/ a hmotnost 1000 zrn /g/. Výsledky, které jsou střední hodnotou čtyř zkoušek, jsou uvedeny v tabulkách X až XVI.

Tabulka X

Ošetření	Dávka g/ha	Doba hod- nocení	Herbicidní působení /%/ LAMAM LAMPU VERAR FUMOF				STEME	CONOR	CHEAL	Fytotoxicita	
			GALAP	LAMAM	LAMPU	VERAR	FUMOF			BILCO	%
I/8	10	I.	11	0	0	20	0	4	11	21	0
		II.	34	20	34	16	19	15	50	35	0
		III.	53	79	89	91	30	72	85	91	0
		IV.	46	90	94	96	20	-	90		0
I/8	20	I.	20	0	0	14	0	5	15	23	0
		II.	40	25	35	21	23	33	53	46	0
		III.	70	85	90	91	43	93	99	98	0
		IV.	56	90	94	99	23	-	99	99	0
I/8	40	I.	23	0	6	18	0	8	29	33	13
		II.	48	29	39	31	5	35	53	56	14
		III.	78	93	92	95	57	99	99	99	0
		IV.	75	99	99	99	30	-	100	100	0
I/8	80	I.	33	0	10	21	0	4	33	33	18
		II.	58	38	43	38	30	16	55	60	15
		III.	94	93	96	98	88	99	99	99	0
		IV.	96	100	100	100	66	-	100	100	0

Tabulka XI

Ošetření	Dávka g/ha	Doba hodnocení	Herbicidní působení %				STEME	CONOR	CHEAL	BILCO	Fytotoxicita %
			LAMAM	LAMPU	VERAR	FUMOF					
I/4	10	I.	13	0	13	0	0	0	15	11	0
I/4		II.	44	25	21	35	15	0	36	43	0
		III.	72	79	72	58	74	0	85	92	0
		IV.	66	86	75	40	-	0	90	90	0
I/4	20	I.	19	0	15	0	0	0	16	16	0
		II.	48	16	24	34	25	0	23	29	20
		III.	91	88	87	80	94	0	89	94	0
		IV.	88	92	90	66	-	0	96	100	0
I/4	40	I.	20	0	19	0	0	6	18	19	75
		II.	55	39	33	34	17	10	60	63	20
		III.	92	96	88	81	99	0	99	99	0
		IV.	90	100	94	75	-	0	100	100	0
I/4	80	I.	23	0	21	0	0	5	16	28	15
		II.	49	23	16	15	25	6	44	58	30
		III.	97	97	98	84	100	18	99	99	35
		IV.	100	100	100	75	-	15	100	100	33

Tabulka XII

Ošetření	Dávka g/ha	Doba hodnocení	Herbicidní působení %					STEME	CONOR	CHEAL	BILCO	Fytotoxicita %
			LAMAM	LAMPU	VERAR	FUMOF						
I/6	10	I.	0	0	0	0	0	0	0	15	11	19
		II.	13	18	13	38	21	0	0	30	33	33
		III.	20	0	0	25	25	0	0	41	46	35
		IV.	20	0	0	28	-	0	0	37	56	30
I/6	20	I.	0	0	0	0	0	0	0	14	17	20
		II.	5	21	10	28	23	0	0	40	41	33
		III.	24	0	0	25	38	0	0	66	68	46
		IV.	27	0	0	31	-	0	0	72	80	54
I/6	40	I.	5	14	5	0	0	0	0	26	20	24
		II.	25	21	3	20	15	0	0	45	45	36
		III.	28	18	9	51	48	0	0	76	75	70
		IV.	28	10	23	46	-	0	0	80	82	86
I/6	80	I.	11	14	8	8	0	0	0	34	31	21
		II.	32	23	20	14	15	0	0	73	53	25
		III.	30	24	15	61	50	0	0	95	99	76
		IV.	25	17	13	60	-	0	0	99	100	89

Tabulka XIII

Ošetření	Dávka g/ha	Doba hodnocení	GALAP	LAMAM	LAMPU	Herbicidní působení %			CHEAL	BILCO	Fytotoxicitě
						VERAR	FUMCF	STĚME			
I/5	10	I.	0	0	0	0	0	0	14	11	5
		II.	0	8	0	0	36	0	36	26	40
		III.	19	0	0	0	34	0	59	54	46
		IV.	20	0	0	0	37	-	64	66	54
I/5	20	I.	5	0	0	0	0	0	14	16	5
		II.	8	5	0	5	40	0	13	23	33
		III.	20	0	0	0	34	0	60	69	59
		IV.	33	0	0	0	40	-	72	80	66
I/5	40	I.	10	0	10	0	0	0	20	14	14
		II.	9	5	15	15	31	20	35	30	21
		III.	24	18	29	18	45	29	89	94	64
		IV.	30	10	21	19	39	-	96	100	70
I/5	80	I.	14	0	11	11	9	0	21	19	19
		II.	23	15	25	20	34	15	23	33	34
		III.	23	21	33	25	48	29	99	99	70
		IV.	37	19	30	20	46	-	100	100	86

Tabulka XVI

Ošetření	Dávka g/ha	Doba hodnocení	Herbicidní působení, %				Fytotoxická			
			LAMAM	LAMPU	VERAR	FUMOF	STEME	CONOR	CHEAL	BILCO
Logran 75 DF	10	I.	0	0	3	0	0	0	11	14
		II.	23	40	31	0	26	0	0	33
		III.	78	84	75	0	66	0	0	86
		IV.	90	96	72	0	-	0	0	82
Logran 75 DF	20	I.	0	3	15	0	0	0	23	18
		II.	24	41	36	15	28	0	6	43
		III.	90	95	89	41	83	0	0	96
		IV.	96	99	90	36	-	0	0	99
Logran 75 DF	40	I.	0	15	16	13	5	0	19	19
		II.	29	40	36	13	25	0	21	48
		III.	98	99	97	68	98	0	0	99
		IV.	100	100	100	50	-	0	0	100
Logran 75 DF	80	I.	5	15	21	15	11	0	21	21
		II.	35	34	33	25	28	5	10	43
		III.	99	99	99	79	99	0	0	99
		IV.	100	100	100	81	-	0	0	100

Tabulka XV

Ošetřené	Dávka g/ha	Doba hořnocení	herbicidní působení %				Fytotoxicita				
			LAMPU	VERAR	FUMOF	STEME	CONOR	CHEAL	BILCO	%	
Granstar 75 DF	10	I.	15	0	0	0	0	6	11	0	
		II.	18	38	5	15	28	10	15	0	
		III.	84	68	30	36	75	49	72	0	
		IV.	91	79	21	34	-	57	89	0	
Granstar 75 DF	20	I.	16	0	6	0	6	14	11	0	
		II.	38	29	20	15	43	41	48	0	
		III.	82	59	36	58	84	70	83	0	
		IV.	90	76	29	46	-	70	94	0	
Granstar 75 DF	40	I.	19	8	20	10	0	20	23	10	
		II.	38	34	35	34	31	15	53	15	
		III.	94	76	83	49	89	9	97	0	
		IV.	98	96	96	40	-	0	94	95	0
Granstar 75 DF 80		I.	25	15	19	21	0	6	23	19	14
		II.	43	44	30	25	28	6	48	65	15
		III.	97	84	91	48	79	19	96	98	0
		IV.	98	96	96	50	70	10	100	100	0

Tabulka XVI
Výsledky zkoušek klasů

Ošetření	Dávka g/ha	Počet klasů/m ²	Délka klasu in cm	Počet zrn /klas	Hmotnost 1000 zrn /g/
Neošetřeno I/8	-	589	7,8	19,4	39,4
	10	607	7,7	21,3	40,3
	20	590	7,9	19,0	41,4
	40	620	8,2	22,0	40,9
	80	604	7,8	20,9	40,0
I/4	10	620	7,8	21,6	40,0
	20	609	7,9	20,6	41,2
	40	619	7,8	21,4	42,0
	80	630	7,8	22,0	40,6
	10	424	7,5	14,0	42,1
I/6	20	432	3,8	13,4	42,8
	40	301	3,4	7,2	44,1
	80	266	3,4	6,0	44,2
	10	399	5,9	15,4	43,7
	20	250	3,2	10,8	44,4
I/5	40	248	2,8	7,0	43,9
	80	261	3,4	6,1	44,8
	10	614	7,8	20,6	42,3
	20	645	7,9	21,4	40,8
	40	638	8,3	21,4	42,4
Logran 75 WG	80	641	7,9	22,0	41,3
Logran 75 WG	10	600	7,8	20,8	40,0
Granstar 75 DF	20	598	8,4	20,4	40,4
Granstar 75 DF	40	639	8,0	21,1	39,8
Granstar 75 DF	80	629	7,8	21,0	41,3

Z výsledků v tabulce X až XVI je zřejmé, že je rozdíl mezi účinností prostředků podle vynálezu a prostředků obchodně dostupných a známých ze stavu techniky a použitých pro srovnání. Prostředky, obsahující účinnou látku číslo 4 a 8 podle tabulky I, jsou vysoce účinné při použití po vzejití na vývoj plevelných rostlin. Selektivita se zřetelem na pěstované rostliny je u obou sloučenin také příznivá. V důsledku své vysoké fytotoxicity a slabého působení nebo neúčinnosti na plevelné rostliny jsou herbicidní prostředky, obsahující jako účinnou látku sloučeniny číslo 5 a 6 podle tabulky I nevhodné pro ničení plevelu v kulturách zimní pšenice.

Příklad 29

Výzkum vlivu antidotových sloučenin na kultivované rostliny v komoře pro pěstování rostlin.

Odváží se vždy 40 g půdy z povrchu pole /o hodnotě pH 6,5, o permeabilitě 50 a s obsahem humusu 1,4 %/ do kultivačních krabic z plastické hmoty o povrchu 0,8 cm², vyložených fólií z polyvinylchloridu. Na tuto půdu se vloží 10 semen kukuřice Pi-3737 a 10 semen slunečnice "IREG". Semena se pak pokryjí 100 g půdy a každé ošetření se provádí čtyřikrát. Při tomto ošetřování se dávkuje 20 až 160 g/ha účinné látky číslo 2, 4, 5, 6 nebo 8 podle tabulky I spolu se 250 a 500 g/ha antidotů DKA-24, AD-67, R-25788, MG-191 nebo CGA-92194 ve formě prostředku, formulovaného způsobem podle příkladu 15 až 21. Ošetřený povrch půdy se pokryje dalšími 100 g půdy v každé nádobě. Nádobu se vnesou do komory pro pěstování rostlin a kultivují se za denního osvětlování v periodě 16 hodin. Rostliny se denně stříkají až po svoji kapacitu vody. Zkoušky se hodnotí stanovením /měřením/ délky výhonku a zelené hmotnosti 13. den po ošetření. Výsledky jsou uvedeny v tabulce XVII až XIX. V tabulce XVII je uveden vývoj zelené hmotnosti kukuřice Pi-3737 pod vlivem ošetření; v tabulce XVIII se hodnotí vývoj délky stonku kukuřice Pi-3737 pod vlivem ošetření a v tabulce XIX vývoj zelené hmotnosti slunečnice "IREG" pod vlivem ošetření.

Tabulka XVII

Ošetření	Dávka účinné látky g/ha	Zelená hmotnost kukuřice jakožto procento neošetřené kontroly									
		DKA-24		AD-67		R-25788		MG-191		CGA-92194	
		250	500	250	500	250	500	250	500	250	500
I/8	40	91	105	97	96	100	125	82	83	76	75
I/4	40	83	92	91	96	96	94	73	80	87	78
I/6	20	50	41	33	50	37	46	32	75	71	67
I/2	160	113	104	87	104	96	100	79	102	99	94
I/5	20	61	73	65	78	72	70	65	55	64	71
Logran	40	91	80	89	82	81	90	78	77	77	65

Tabulka XVIII

Ošetření	Dávka účinné látky g/ha	Délka výhonku kukuřice jakožto procento neošetřené kontroly											
		DKA-24		AD-67		R-25788		MG-191		CGA-92194			
		250g	500g	250g	500g	250g	500g	250g	500g	250g	500g	250g	500g
I/8	40	68	84	88	91	92	88	97	78	71	74		
I/4	40	62	77	83	83	88	88	90	69	81	79		
I/6	20	19	41	31	29	41x	29	37	25	35	67		66
I/2	160	91	96	92	83	97	92	95	68	84	86		
I/5	20	48	47	53	53	62	59	60	53	45	57		
Logran	40	40	71	74	76	80	81	87	75	74	77		68

Příklad 30

Zkouška vlivu antídotových sloučenin na pěstované rostliny v komoře pro pěstování rostlin.

Odváží se vždy 400 g půdy z povrchu pole /hodnota pH 6,5, propustnost 50 a obsah humusu 1,4 %/ do nádob kultivačních z plastické hmoty o povrchu 0,8 dm², vyložených vždy polyvinylchloridovou fólií. Na povrch půdy se vloží 10 semen kuřice Pi-3747a vždy 50 semen čiroku SA_114. Semena se pokryjí 100 g půdy, pak se provede vždy čtyřikrát ošetření. Při tomto ošetření se aplikuje 20, 40 nebo 80 g na hektar sloučeniny číslo 2, 4, 5, 6 nebo 8 podle tabulky I, spolu se 400 g/ha DKA-24 jakožto antidotu ve formě prostředku, formulovaného podle příkladu 22 až 24.. Stejně dávky Glean, Granstar, Ally nebo Tell se aplikují spolu s DKA-24 jakožto antidotem pro srovnání. Postříkaný povrch půdy se opět pokryje dalším 100 g půdy v každé nádobě.

Nádoby se pak vnesou do komory pro pěstování rostlin a kultivují se za osvitové periody 16 hodin. Rostliny se denně kropí až po svoji kapacitu vody.

Zkouška se hodnotí stanovením /měřením/ délky stonku a zelenou hmotností 12. den po ošetření. Výsledky jsou uvedeny v tabulce XX.

Tábulka XX

Ošetření	Délka výhonku kukuřice (cm)		Zelená hmotnost kukuřice (g)		Zelená hmotnost čiroku (g)	
	Dávka účinné látky g/ha	+ DKA-24 400 g/ha	+ DKA-24 400 g/ha	+ DKA-24 400 g/ha	+ DKA-24 400 g/ha	+ DKA-24 400 g/ha
I/8	20	70	86	71	74	125
	40	54	82	59	76	86
	80	39	67	43	65	68
I/4	20	61	90	66	87	129
	40	47	81	59	87	103
	80	29	65	40	72	109
I/6	20	41	56	49	67	50
	40	18	25	23	30	20
	80	10	8	30	9	7
I/2	20	98	95	97	92	118
	40	105	105	119	109	114
	80	103	98	114	106	104
I/5	20	68	74	77	80	94
	40	50	39	60	52	100
	80	29	40	38	52	73
Glean	20	11	51	16	60	20
	40	12	30	19	41	24
	80	5	10	18	11	72
						75
						66

Tabulka XX /pokračování/

		Délka výhonku kukuřice (cm)		Zelená hmotnost kukuřice (g)		Zelená hmotnost čiroku /g/	
Ošetření	Dávka účinné látky g/ha	+ DKA-24 400 g/ha		+ DKA-24 400 g/ha		+DKA-24 400 g/ha	
Granstar	20	90	76	84	83	62	120
	40	86	77	84	81	115	160
	80	84	74	85	72	79	130
Ally	20	27	49	41	63	112	58
	40	16	34	24	43	106	53
	80	13	24	24	33	94	46
Tell	20	98	-	105	-	75	-
	40	98	-	109	-	15	-
	80	90	-	96	-	11	-

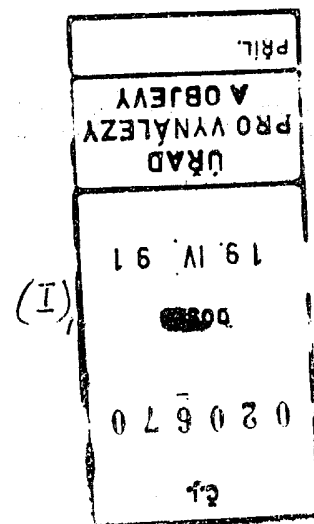
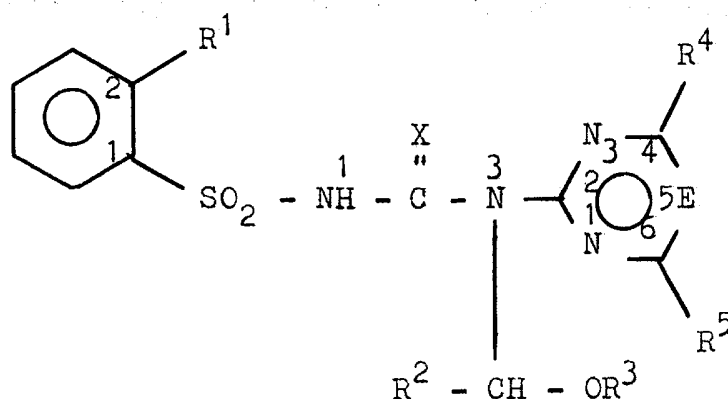
Průmyslová využitelnost

Herbicidní prostředky obsahující nové deriváty sulfonylmočoviny jakožto účinnou látku, která má příznivější chemické a fyzikální vlastnosti, vyšší selektivitu a nižší dobu setrvávání v půdě ve srovnání se sulfonylmočovinami, známými ze stavu techniky. Herbicidně účinné látky působí na jednoděložné, dvouděložné, jednoleté i několikaleté plevelné rostliny v obilí, v kukuřici, čiroku, prosu a podobných kulturních rostlinách.

JUDr. Petr Kaluzný
advokát

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Herbicidně účinný substituovaný derivát sulfonylmočoviny obecného vzorce I



kde znamená

- R_1 atom vodíku, atom halogenu, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo skupinu obecného vzorce COR_6 ,
- R_2 atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,
- R_3 alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkoxy podílu, alkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku substituovanou jedním nebo několika atomy halogenu nebo benzylovou skupinu,
- R_4 a R_5 na sobě nezávisle vždy alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, atom halogenu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo alkylthioskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,
- R_6 alkoxy skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxyskupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu

s 3 až 6 atomy uhlíku, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu, piperazinylovou skupinu nebo morfolinylovou skupinu,

X atom kyslíku nebo atom síry a
E methinovou skupinu nebo atom dusíku
a jeho soli.

2. Herbicidní prostředek vyznačený tím, že jako účinnou látku obsahuje substituovaný derivát sulfonylmočoviny obecného vzorce I, kde znamená

R₁ atom vodíku, atom halogenu, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo skupinu obecného vzorce
COR₆,

R₂ atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,

R₃ alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkoxy podílu, alkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku substituovanou jedním nebo několika atomy halogenu nebo benzylovou skupinu,

R₄ a R₅ na sobě nezávisle vždy alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, atom halogenu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo alkylthioskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,

R₆ alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxy skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku v alkoxy podílu,

alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylamino-
skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu, pipe-
razinylovou skupinu nebo morfoli^{yl}oskupinu,

X atom kyslíku nebo atom síry a

E methinovou skupinu nebo atom dusíku,
nebo jeho sůl.

3. Herbicidní prostředek podle bodu 2, vyznačený tím, že
je ve formě smáčitelného prášku.

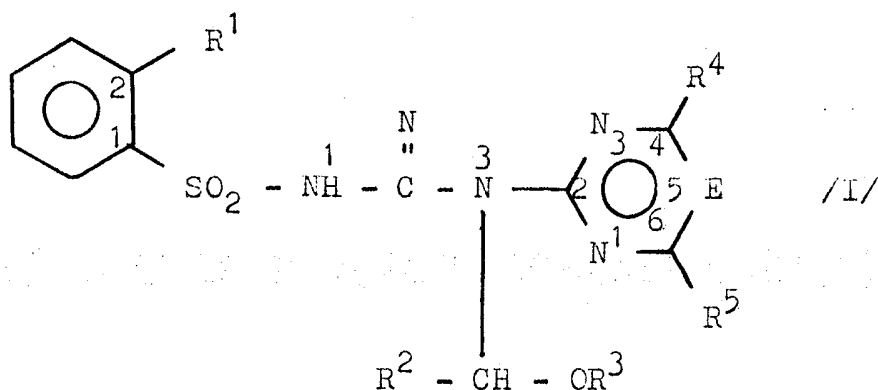
/Nárokovaná priorita 31. 01. 1990/

4. Herbicidní prostředek podle bodu 2, vyznačený tím, že
je ve formě granulí.

5. Antidot obsahující herbicidní prostředek obsahující
substituovaný derivát^{sulfonyl}močoviny jakožto účinnou látku a anti-
dot, vyznačený tím, že jako účinnou látku obsahuje substitu-
ovaný derivát^{sulfonyl}močoviny obecného vzorce I, kde R_1 , R_2 , R_3 , R_4 ,
 R_5 , X a E mají význam, uvedený v bodu 1 nebo jeho sůl a ja-
kožto antidot s výhodou DKA-24, což je chemicky N-dichlor-
acetyl-N-allylglycin-N'-allylamid, AD-67, což je chemicky N-
dichloracetyl-1-oxa-4-azaspiro[4.5]dekan, R-25788, což je
chemicky N,N-diallyldichloracetamid, MG-191, což je chemicky
2-dichlormethyl-2-methyl-1,3-dioxolan, CGA-92194, což je che-
micky N-/1,3-dioxolan-2-yl-methoxy/iminobenzenacetonitril,
nebo II-35^x v celkovém množství hmotnostně 0,01 až 95 %,
zvláště hmotnostně 2 až 80 % ve hmotnostním poměru 1 : 1 až
1 : 50 účinné látky k antidotu.

6. Způsob přípravy substituovaného derivátu sulfonylmočo-
viny podle bodu 1 obecného vzorce I

^x což je chemicky N-/dichloracetyl/hexamethylenimin,



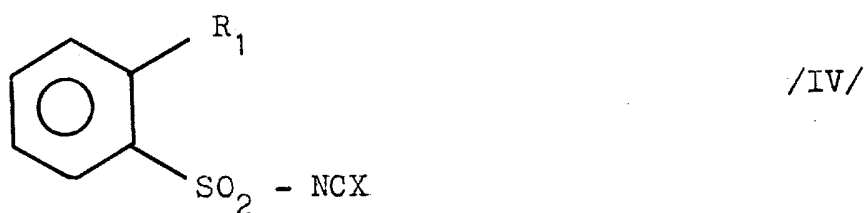
kde znamená

- R_1 atom vodíku, atom halogenu, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, halogenalkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo skupinu obecného vzorce CCR_6
- R_2 atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo fenylovou skupinu,
- R_3 alkylovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, alkenylovou skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkoxy podílu, alkylovou skupinu s 2 až 4 atomy uhlíku substituovanou jedním nebo několika atomy halogenu nebo benzylovou skupinu,
- R_4 a R_5 na sobě nezávisle vždy alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, atom halogenu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu nebo alkylthioskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,
- R_6 alkoxy skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku, alkenyloxy skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku, alkoxyalkylovou skupinu s 3 až 6 atomy uhlíku v alkoxy podílu, alkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, dialkylaminoskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku v alkylovém podílu, piperazinylovou skupinu nebo morfolinylovou skupinu,

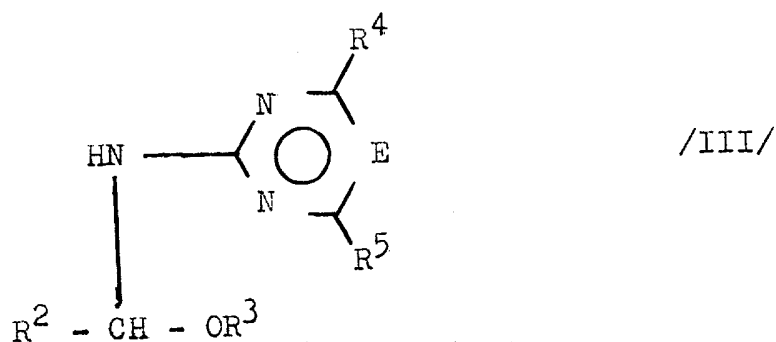
X atom kyslíku nebo atom síry a

E methinovou skupinu nebo atom dusíku
a jeho soli, vyznačený tím, že

a/ nechává se reagovat isokyanát nebo isothiokyanát obecné-
no vzorce IV

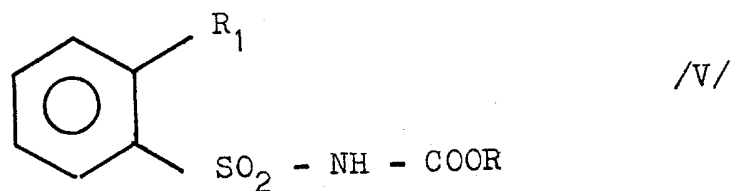


kde R_1 má shora uvedený význam s derivátem aminopyrimidinu ne-
bo aminotriazinu obecného vzorce III



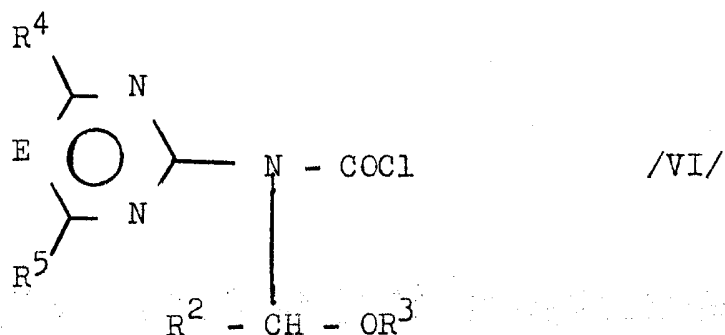
kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, při
teplotě 0 až 50 °C, s výhodou 20 až 30 °C, nebo

b/ nechává se reagovat sulfonylkarbamát obecného vzorce V

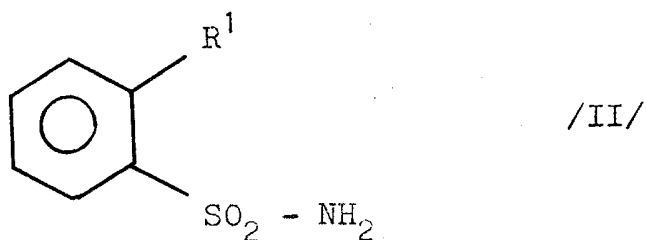


kde R_1 má shora uvedený význam a kde znamená R fenylo-
vou skupinu s aminopyrimidinovým nebo aminotriazinovým
derivátem obecného vzorce III, kde jednotlivé symboly
mají shora uvedený význam, při teplotě 25 až 120 °C,
s výhodou 60 až 90 °C nebo

c/ nechává se reagovat karbamoylchlorid obecného vzorce
VI

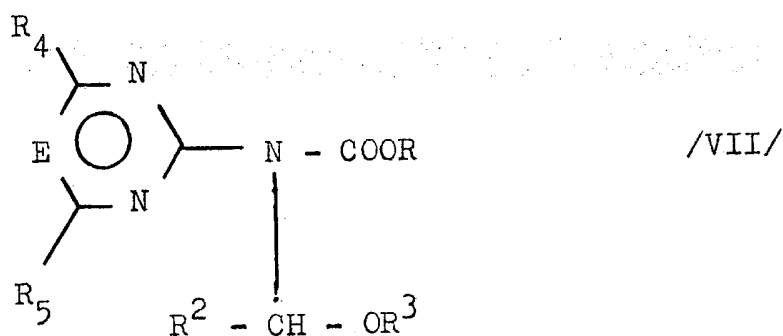


kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, se solí alkalického kovu sulfonamidového derivátu obecného vzorce II



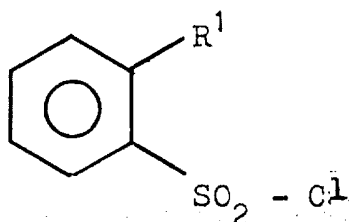
kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, při teplotě -10 až 50 °C, s výhodou 0 až 25 °C, nebo

d/ nechává se reagovat N-pyrimidinylkarbamát nebo N-triazinylkarbamát obecného vzorce VII



kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, se sulfonamidovým derivátem obecného vzorce II, kde jednotlivé substituenty mají shora uvedený význam, při teplotě 20 až 80 °C, s výhodou při teplotě 20 až 40 °C, nebo

e/ nechává se reagovat sulfonylchlorid obecného vzorce VIII



/VIII/

kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam s derivátem aminopyrimidinu nebo aminotriazinu obecného vzorce III, kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, při teplotě 20 až 120 °C, s výhodou při teplotě 60 až 90 °C v inertoním organickém rozpouštědle nebo ve směsi inertoních organických rozpouštědel

a popřípadě se převádí získaná sloučenina obecného vzorce I, kde jednotlivé symboly mají shora uvedený význam, na svoji sůl reakcí s hydroxidem alkalického kovu nebo kovu alkalické zeminy, s aminem nebo s kvarterním amoniumhalogenidem, sloučenina obecného vzorce I nebo její sůl se izoluje odpařením rozpouštědla nebo rozpouštědel a popřípadě se překrystaluje.