



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

244438

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴

A 01 N 43/707

(22) Přihlášeno 09 01 84
(21) PV 179-84
(32) (31)(33) Právo přednosti od 12 01 83
(150/83) Švýcarsko

(40) Zveřejněno 17 09 85

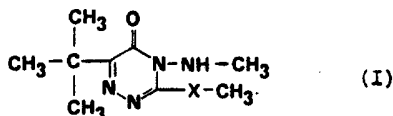
(45) Vydáno 15 07 87

(72) Autor vynálezu BÖHNER BEAT dr., BINNINGEN (Švýcarsko)

(73) Majitel patentu CIBA-GEIGY AG, BASILEJ (Švýcarsko)

(54) Prostředek k boji proti nežádoucímu růstu rostlin a způsob výroby účinné složky

Prostředek k boji proti nežádoucímu růstu rostlin, vyznačující se tím, že obsahuje jako účinnou složku derivát 4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu-obecného vzorce I



v němž

X znamená atom síry nebo iminoskupinu, tj. skupinu -NH-.

Podle tohoto vynálezu se 3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on vzorce I připravuje tím, že se na 3-metyltio-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on působí

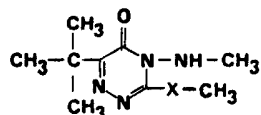
a) nejprve metylhalogenidem nebo dimethylsulfátem za vzniku 3-metyltio-4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu a ten se nechá reagovat s metylaminem, nebo

b) nejprve metylaminem ze vzniku 3-methylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu a ten se potom nechá reagovat s metylhalogenidem nebo s dimethylsulfátem,

Předložený vynález se týká prostředku k boji proti nežádoucímu růstu rostlin, který obsahuje jako účinnou složku deriváty triazinu dále uvedeného obecného vzorce I. Dále se vynález týká způsobu výroby této účinné složky.

Z amerického patentového spisu 3 671 523 jsou známy substituované deriváty 1,2,4-triazin-5-onu, jejich herbicidní vlastnosti a způsob jejich přípravy. 3,4-di(metylamino)-6-terc.-butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on není v uvedeném patentovém spisu popsán.

Nyní bylo zjištěno, že deriváty 4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu obecného vzorce I



(I),

v němž

X znamená atom síry nebo iminoskupinu, tj. skupinu -NH-,

se výtečně hodí k potlačování nežádoucího růstu rostlin, zejména k hubení plevelů v porostech kulturních rostlin.

Předmětem předloženého vynálezu je tudíž prostředek k boji proti nežádoucímu růstu rostlin, který se vyznačuje tím, že vedle nosných látek nebo/a dalších přísad obsahuje jako účinnou složku alespoň jeden derivát triazinu shora definovaného obecného vzorce I.

Předmětem vynálezu je rovněž způsob výroby účinné složky, tj. 3,4-di(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu, který spočívá v tom, že se na 3-metyltio-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on působí

a) nejdříve metylhalogenidem nebo dimetylsulfátem za vzniku 3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu, který se pak nechá reagovat s metylaminem,

nebo

b) nejdříve metylaminem za vzniku 3-metylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu, který se pak nechá reagovat s metylhalogenidem nebo s dimetylsulfátem.

3-metylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on, který vzniká jako meziprodukt při postupu podle stupně b), a jeho příprava se popisuje v americkém patentovém spisu č. 3 671 523.

Reakce 3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylaminem podle varianty a) se provádí účelně v přítomnosti rozpouštědla nebo ředidla. Jako příklady těchto rozpouštědel nebo ředidel lze uvést alifatické nebo aromatické uhlovodíky, jako například benzen, toluen, xyleny, petroleter, cyklohexan, n-hexan; halogenované uhlovodíky, jako chlorbenzen, metylchlorid, etylchlorid, chloroform, tetrachlormetan, tetrachloretylen; alkoholy, zejména alifatické alkoholy, jako například metanol, etanol, propanoly, jako například 2-propanol, butanoly; etery a eterické sloučeniny, jako například dialkyletery, diisopropyleter; ketony, jako například aceton, dietylketon, metyletylketon, nebo směsi takových rozpouštědel navzájem.

Reakce 3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylaminem podle stupně a) se provádí účelně při zvýšené teplotě, výhodně v rozmezí od 100 do 200 °C, zejména při 140 až 160 °C.

Metandiol, který vzniká při této reakci, se dá z reakční směsi snadno odstraňovat o sobě známým způsobem, například zaváděním chlornanu sodného.

Při reakci 3-metylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylhalogenidem nebo s dimetylsulfátem podle stupně b) se postupuje účelně tak, že se nechá reagovat 3-metylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on v přítomnosti katalyzátoru fázového přenosu s dimetylsulfátem nebo s metylhalogenidem. Je výhodné provádět tuto reakci v přítomnosti organického rozpouštědla, silné báze a katalyzátoru fázového přenosu, přičemž je zvláště příznivé, jestliže se do směsi organického rozpouštědla a silné báze přidá 3-metylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on a k této směsi se potom přidá 1) dimetylsulfát nebo zejména metylhalogenid a 2) katalyzátor fázového přenosu, zejména kvarterní amoniová sůl nebo kvarterní amoniumhydroxid nebo kvarterní fosfoniová sůl.

Jako silné báze přicházejí v úvahu například hydroxidy alkalických kovů, jako hydroxid sodný nebo hydroxid draselný, nebo uhličitany alkalických kovů nebo uhličitany kovů alkalických zemin.

Jako organická rozpouštědla se hodí zejména ta, která byla uvedena shora pro variantu postupu a).

Metylhalogenidy se rozumí například metylchlorid, metylbromid a zejména metyljodid.

Jako amoniové soli nebo amoniumhydroxidy přicházejí v úvahu výhodně takové, které jsou zvoleny ze skupiny, která je tvořena benzyltrialkylamonium- nebo tetraalkylamonium-hydroxidem, -hydrogensulfátem nebo -halogenidem, a v nichž alkylové zbytky obsahují účelně 1 až 4 atomy uhlíku, jako je například benzyltriethylamoniumchlorid, tetra-n-butylamoniumhydroxid, benzyltrimethylamoniumchlorid. Zvláště vhodným je tetraalkylamoniumhalogenid, zejména tetra-n-butylamoniumbromid.

Jako příklady fosfoniových solí lze uvést tributylhexadecylfosfoniumbromid, etyltrifenylfosfoniumbromid, tetrafenylfosfoniumchlorid, benzyltrifenylfosfoniumjodid, trifenyl-n-propylfosfoniumbromid a tetrabutylfosfoniumchlorid.

Reakce 3-metylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylhalogenidem nebo dimetylsulfátem podle stupně b) se dá provádět v širokém rozsahu teplot, přičemž však zvláště výhodný je rozsah teplot od 10 do 40 °C a zejména pak rozsah od 20 do 25 °C.

3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on, který vzniká jako meziprodukt při výrobě 3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu podle stupně a) postupu podle vynálezu, je novou sloučeninou, která kromě toho, že slouží k výrobě shora uvedených sloučenin, má sama schopnost potlačovat nežádoucí růst rostlin a tvoří tudíž jako součást sloučenin obecného vzorce I účinnou složku prostředku podle vynálezu,

3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on se dá vyrábět za stejných podmínek, jako jsou popsány shora pro postup podle stupně b), reakcí 3-metyltio-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylhalogenidem nebo s dimetylsulfátem.

Pro aplikaci jako herbicid se 3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on nebo 3-metyltio-4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on používá v nezměněné formě nebo výhodně společně s pomocnými látkami, které jsou obvyklé při přípravě prostředků tohoto druhu, a zpracovává se známým způsobem například na emulzní koncentráty, na pasty, které lze aplikovat natíráním, na přímo rozstříkavatelné roztoky nebo na roztoky, které se ještě dále dají ředit, na zředěné emulze, na smáčecí prášky, na rozpustné prášky, popraše, granuláty, také enkapsulované například v polymerních látkách. Způsoby aplikace, jako postřik, zaměšování, poprašování, posyp, natírání nebo zalévání se stejně jako typ prostředků volí podle požadovaných cílů a podle daných poměrů.

Prostředky, tj. přípravky, které obsahují 3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on nebo 3-metyltio-4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on a popřípadě pevnou nebo kapalnou přísadu, koncentráty nebo aplikační formy se připravují známým způsobem, například důkladným smícháním nebo/a rozemletím účinné látky s plnidly, jako například s rozpouštědly, pevnými nosnými látkami, a popřípadě povrchově aktivními sloučeninami (tensidy).

Jako rozpouštědla mohou přicházet v úvahu: aromatické uhlovodíky, výhodně frakce s 8 až 12 atomy uhlíku, jako například směsi xylenů nebo substituované naftaleny, estery ftalové kyseliny, jako dibutylftalát nebo dioktylftalát, alifatické uhlovodíky, jako cyklohexan nebo parafiny, alkoholy a glykoly, jakož i jejich estery a estery, jako etanol, etylenglykol, etylenglykolmonometyleter nebo etylenglykolmonostyleter, ketony, jako cyklohexanon, silně polární rozpouštědla, jako N-metyl-2-pyrrolidon, dimethylsulfoxid nebo dimethylformamid, jakož i popřípadě epoxidované rostlinné oleje, jako epoxidovaný kokosový olej nebo sojový olej nebo voda.

Jako pevné nosné látky, například pro popraše a dispergovatelné prášky, se používají zpravidla přírodní kamenné moučky, jako vápenec, mastek, kaolin, montmorillonit nebo attapulgit. Ke zlepšení fyzikálních vlastností se může přidávat také vysoce disperzní kyselina křemičitá nebo vysoce disperzní savé polymery. Jako zrněné adsorptivní nosiče granulátu přicházejí v úvahu porézní typy, jako například pemza, cihlová drť, sepiolit nebo bentonit, jako nesorptivní nosné látky pak například vápenec nebo písek. Kromě toho se může použít celá řada předem granulovaných materiálů anorganického nebo organického původu, jako zejména dolomit nebo rozmělněné zbytky rostlin.

Jako povrchově aktivní sloučeniny přicházejí v úvahu neionogenní, kationaktivní nebo/a anionaktivní tensidy s dobrými emulgačními, dispergačními a smáčecími vlastnostmi. Tensidy se rozumí také směsi tensidů.

Vhodnými anionickými tensidy mohou být jak tak zvaná ve vodě rozpustná mýdla, tak i ve vodě rozpustné syntetické povrchově aktivní sloučeniny.

Jako mýdla lze uvést soli vyšších mastných kyselin (s 10 až 22 atomy uhlíku) s alkalickými kovy, s kovy alkalických zemin nebo popřípadě substituované aminové soli, jako například soli sodné nebo draselné olejové kyseliny nebo stearové kyseliny, nebo směsi přírodních kyselin, které se získávají například z kokosového oleje nebo z loje. Uvést nutno také směsi metyltaurinu s mastnými kyselinami.

Častěji se však používá tzv. syntetických tensidů, zejména mastných sulfonátů, mastných sulfátů, sulfonovaných derivátů benzimidazolu nebo alkylarylsulfonátů.

Mastné sulfonáty nebo sulfáty se vyskytují zpravidla ve formě solí s alkalickými kovy, s kovy alkalických zemin nebo ve formě popřípadě substituovaných amoniových solí a obsahují alkylový zbytek s 8 až 22 atomy uhlíku, přičemž alkylový zbytek může zahrnovat také alkylovou část acylových zbytků, jako je například sodná nebo vápenatá sůl lignin-sulfonové kyseliny, esteru dodecylsírové kyseliny nebo směsi sulfatovaných mastných alkoholů, které byly vyrobeny z přírodních mastných kyselin.

Sem náleží také soli esterů sírové kyseliny a sulfonových kyselin aduktů mastných alkoholů s etylenoxidem. Sulfonované deriváty benzimidazolu obsahují výhodně 2 zbytky sulfonové kyseliny a zbytek mastné kyseliny s 8 až 22 atomy uhlíku. Alkylarylsulfonáty jsou představovány například sodnými, vápenatými nebo trietanolamoniovými solemi dodecylbenzensulfonové kyseliny, dibutyl-naftalensulfonové kyseliny nebo kondenzačního produktu naftalensulfonové kyseliny a formaldehydu.

V úvahu přicházejí také odpovídající fosfáty, jako například soli esteru fosforečné kyseliny aduktu 4 až 14 mol etylenoxidu s p-nonylfenolem nebo fosfolipidy.

Jako neionogenní tensidy přicházejí v úvahu především deriváty polyglykoleterů alifatických nebo cykloalifatických alkoholů, nasycených nebo nenasycených mastných kyselin a alkylfenolů, které mohou obsahovat 3 až 30 glykoleterových skupin a 8 až 20 atomů uhlíku v (alifatickém) uhlovodíkovém zbytku a 6 až 18 atomů v alkylovém zbytku alkylfenolů.

Dalšími vhodnými neionogenními tensidy jsou ve vodě rozpustné adukty polyetylenoxidu na propylenglykol, etylendiaminopolypropylenglykol a alkylpolypropylenglykol s 1 až 10 atomy uhlíku v alkylovém řetězci, které obsahují 20 až 250 etylenglykoléterových skupin a 10 až 100 propylenglykoléterových skupin. Uvedené sloučeniny obsahují obvykle na jednu jednotku propylenglykolu 1 až 5 jednotek etylenglykolu.

Jako příklady neionogenních tensidů lze uvést nonylfenolpolyetoxyetanol, polyglykoletery ricinového oleje, adukty polypropylenu a polyetylenoxidem, tributylfenoxypolyetoxyetanol, polyetylenglykol a oktylfenoxypolyetoxyetanol.

Dále přicházejí v úvahu také estery polyoxyetylen-sorbitanu s mastnými kyselinami, jako polyoxyetylen-sorbitan-trioleát.

U kationických tensidů se jedná především o kvarterní amoniové soli, které jako substituenty na atomu dusíku obsahují alespoň jeden alkylový zbytek s 8 až 22 atomy uhlíku a jako další substituenty obsahují nižší, popřípadě halogenované alkyl-, benzyl- nebo nižší hydroxyalkylové zbytky. Tyto soli se vyskytují výhodně ve formě halogenidů, metylsulfátů nebo etylsulfátů, jako například stearyltrimetylamoniumchlorid nebo benzyl-di-(2-chloretyl)etylamoniumbromid.

Tensidy běžné při přípravě takovýchto prostředků jsou kromě jiného popsány v následujících publikacích:

"MC Cutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual" MC

Publishing Corp., Ringewood New Jersey, 1980,

Sisley and Wood, "Encyclopedia of Surface Active Agents",

Chemical Publishing Co., Inc. New York 1964,

Stache, H. "Tensid-Taschenbuch" Carl Hanser Verlag,

München/Wien, 1981.

Agrochemické prostředky obsahují zpravidla 0,1 až 99 % hmotnostních, zejména 0,1 až 95 % hmotnostních účinné látky, 99,9 až 1 % hmotnostní, zejména 99,8 až 5 % hmotnostních pevné nebo kapalné přísady a 0 až 25 %, zejména 0,1 až 25 % hmotnostních tensidů.

Zatímco jako prostředky na trhu jsou výhodné spíše koncentrované prostředky, používá konečný spotřebitel zpravidla zředěných prostředků.

Uvedené prostředky mohou obsahovat také další přísady, jako stabilizátory, prostředky proti pěnění, regulátory, viskozity, pojídla, adheziva jakož i hnojiva nebo další účinné látky k dosažení speciálních účinků.

3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on vykazuje výraznou herbicidní účinnost. Tato sloučenina je vhodná k hubení jak jednoděložných tak i dvoj-děložných plevelů, a to jak při preemergentní aplikaci, tak i při postemergentní aplikaci.

Zvláště výhodně se dá 3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on nebo prostředek, který tuto sloučeninu obsahuje, používat k selektivnímu hubení plevelů v kulturách užitkových rostlin, jako například v kulturách obilovin, kukuřice, sóji a zejména cukrové řepy. Při použití v cukrové řepě může dojít také k pozoruhodnému zvýšení obsahu cukru.

Používaná množství, ve kterých je 3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on aplikován, závisí na daných poměrech, jako zejména na rostlinném porostu, na vlastnostech půdy, na povětrnostních podmínkách a na době aplikace. Účelným se ukázalo obecně aplikované množství od 30 do 2 000 g/ha.

Stejným nebo podobným způsobem jako 3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on se dá k hubení plevelů používat také 3-metyltio-4-metylamino-6-terc.-butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on.

Vynález blíže ilustrují, avšak jeho rozsah nikterak neomezuje, následující příklady.

P ř í k l a d 1

3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on (meziprodukt)

321,0 g (1,5 mol) 3-metyltio-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu se při teplotě místnosti přidá do směsi 600 ml 50% hydroxidu sodného a 600 ml toluenu. Při teplotě místnosti se potom přidá 244 ml (3,75 mol) metyljodidu a 50 g tetrabutylamonium-bromidu. Slabě exothermní reakcí vystoupí teplota na 48 °C. Reakční směs se nechá po dobu 30 minut rozmíchat a poté se vylije do dělicí nálevky. Potom se oddělí tolik anorganické fáze, jak jen je to možné. Veškerý zbytek se potom intenzivně rozmíchá v 10 litrech směsi ledu a vody. Potom se vykrystalovaný bílý produkt odfiltruje a promývá se tak dlouho vodou až filtrát reaguje neutrálně. Po vysušení pomocí oxidu fosforečného se získá 336,2 g (98,2 % teorie) 3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu. Teplota tání 132 až 133 °C.

P ř í k l a d 2

3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on (konečný produkt)

Směs 233 g (1,02 mol) 3-metyltio-4-metylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu, 37,8 g (1,22 mol) metylaminu a 280 ml 2-propanolu se zahřívá 4 hodiny v autoklávu na teplotu 150 °C. Po ochlazení se proudem dusíku odstraní vzniklý metantiol, který se k zneškodnění zavádí do roztoku chlornanu sodného. Slabě zakalený roztok se filtruje přes slabou vrstvu silikagelu a nyní čirý žlutý roztok se odpaří ve vakuu při teplotě 50 °C. Zbýlý, žluto-oranžově zbarvený, čirý olej se vyjme horkým etylacetátem a po ochlazení se získá 203,5 g (94,4 % teorie) 3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu. Teplota tání po překrystalování z metylenchloridu činí 163 až 165 °C.

Příklady prostředků pro 3,4-di-(metylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on

(% = % hmotnostní)

P ř í k l a d 3

Smáčitelný prášek	a)	b)	c)
3,4-di-(methylamino)-6-terc.- butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin- -5-on	25 %	50 %	75 %
natriumligninsulfonát	5 %	5 %	-
natriumlaurylsulfát	3 %	-	5 %
natriumdiisobutylnaftalen- sulfonát	-	6 %	10 %
oktylfenolpolyetylen glykol- eter (7 až 8 mol etylenoxidu)	-	2 %	-
vysoce disperzní kyselina			
křemičitá	5 %	10 %	10 %
kaolin	62 %	27 %	-

Účinná látka se dobře smísí s přísadami a směs se dobře rozele ve vhodném mlýnu.
Získá se smáčitelný prášek, který se dá ředit vodou na suspenze každé požadované koncentrace.

P ř í k l a d 4

Emulzní koncentrát

3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl- -4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on	10 %
oktylfenolpolyetylen glykoleter (4 až 5 mol etylenoxidu)	3 %
vápenatá sůl dodecylbenzensulfonátu	3 %
polyglykoleter ricinového oleje (35 mol etylenoxidu)	4 %
dimetylformamid	20 %
cyklohexanon	20 %
směs xylenu	40 %

Z tohoto koncentrátu se mohou ředěním vodou vyrábět emulze každé požadované koncentrace.

P ř í k l a d 5

Popraš	a)	b)
3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5- -dihydro-1,2,4-triazin-5-on	5 %	8 %
mástek	95 %	-
kaolin	-	92 %

Smísením účinné látky s nosnými látkami se získá směs, která po rozeletí na vhodném mlýnu, skýtá přímo použitelnou popraš.

P ř í k l a d 6

Granulát získaný vytlačováním

3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro- -1,2,4-triazin-5-on	10 %
---	------

natriumligninsulfonát	2 %
karboxymethylcelulóza	1 %
kaolín	87 %

Účinná látka se smísí s přísadami, směs se rozele a zvlhčí se vodou. Získaná směs se vytlačuje na vytlačovacím stroji a pak se suší v proudu vzduchu.

P ř í k l a d 7

Obalovaný granulát

3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro- -1,2,4-triazin-5-on	3 %
polyetylenglykol (molekulová hmotnost 200)	3 %
kaolín, zrněný	94 %

Jemně rozemletá účinná látka se v mísiči rovnoměrně nanese na zrněný kaolín, který byl zvlhčen polyetylenglykolem. Tímto způsobem se získá obalovaný granulát, který je prostý prachu.

P ř í k l a d 8

Suspenzní koncentrát

3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro- -1,2,4-triazin-5-on	40 %
etylenglykol	10 %
nonylfenolpolyetylenglykoleter (15 mol etylenoxidu)	6 %
natriumligninsulfonát	10 %
karboxymethylcelulóza	1 %
37% vodný roztok formaldehydu	0,2 %
silikonový olej ve formě 75% vodné suspenze	0,8 %
voda	32 %

Jemně rozemletá účinná látka se důkladně smísí s přísadami. Takto se získá suspenzní koncentrát, ze kterého se mohou ředěním vodou připravovat suspenze každé požadované koncentrace.

P ř í k l a d 9

Herbicidní účinek při preemergentní aplikaci

Ve skleníku se bezprostředně po zasetí pokusných rostlin do květináčů o průměru 11 cm ošetří povrch půdy vodnou disperzí 3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu, která byla získána z 25% smáčitelného prášku. Používá se koncentrací 30 g/ha. Květináče se zasetými semeny rostlin se udržují ve skleníku při teplotě 20 až 24 °C a při 50 až 70% relativní vlhkosti vzduchu. Pokus se vyhodnotí po 3 týdnech a výsledky se hodnotí podle následující stupnice:

- 1 = rostliny neklíčí nebo úplně odumřely
- 2 až 3 = velmi silný účinek
- 4 až 6 = střední účinek
- 7 až 8 = nepatrný účinek
- 9 = žádný účinek (jako u neošetřené kontroly)

pšenice	7
kukuřice	9
soja	8
bavlník	8
cukrová řepa	7
abutilon	1
mrlik (Chenopodium)	3
povíjnice (Ipomoea)	2
hořčice (Sinapis)	4

P ř í k l a d 10

Herbicidní účinek při postemergentní aplikaci

Ve skleníku se v květináčích o průměru 11 cm pěstují rostliny kukuřice, ryže za nezávlahových podmínek, soja, oves hluchý (*Avena fatua*), psárka (*Alopecurus*), abutilon, řepa (*Xanthium*), hořčice (*Sinapis*) a violka trojbarevná (*Viola tricolor*) až k dosažení stádia 3 až 6 listů, což trvá asi 2 týdny. Potom se rostliny postříkají vodnou emulzí účinné látky v dávce 60 g účinné látky na 1 ha a poté se udržují při teplotě 20 až 24 °C a při 45 až 60% relativní vlhkosti vzduchu. 15 dnů po ošetření se pokus vyhodnotí a výsledek se hodnotí stejným způsobem (podle stejné stupnice) jako při preemergentním pokusu.

Výsledky testu jsou následující:

kukuřice	9
ryže pěstovaná za	
nezávlahových podmínek	9
soja	7
oves hluchý (<i>Avena fatua</i>)	2
psárka (<i>Alopecurus</i>)	1
abutilon	1
řepa (<i>Xanthium</i>)	1
hořčice (<i>Sinapis</i>)	1
violka trojbarevná	
(<i>Viola tricolor</i>)	3

P ř í k l a d 11

Selektivní herbicidní účinek vůči povíjnici (*Ipomoea*) v cukrové třtině

Polní parcely o ploše 8 m², které obsahují semena plevelné rostliny povíjnice (*Ipomoea* sp.), se osází cukrovou třtinou. Když rostliny cukrové třtiny dosáhnou stádia 1 až 4 listů a výšky vzrůstu 10 až 30 cm, aplikuje se na půdu a rostliny 3,4-di-(metylamino)-6-terc.-butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on ještě před vzejitím plevelu ve formě vodné postřikové suspenze v množství, které odpovídá 400 litrům na 1 ha.

Výsledky tohoto testu jsou shrnuty v následující tabulce 1:

T a b u l k a 1

kg účinné látky na 1 ha	Účinek proti povíjníci (Ipomoea sp.) v % kontroly					Vedlejší účinky na cukrovou třtinu v % kontroly				
	dny po aplikaci					dny po aplikaci				
	11	26	40	70	101	11	26	40	70	101
						V	V	W	W	W
1,0	50	96	98	98	95	0	0	0	0	0
1,5	70	100	100	100	100	0	0	0	0	0
2,0	100	98	96	97	95	0	0	0	0	0

V = zbarvení (příznaky vadnutí)

W = zbrzdění růstu

V následujících příkladech 12 až 14 se používá dále uvedených testovaných látek:

A) = 3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on podle předloženého vynálezu

B) = 3-methylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on, známý z amerického patentového spisu 3 671 523 (srovnávací látka)

C) = 3-metyltio-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on, známý z amerického patentového spisu 3 671 523. (srovnávací látka).

Testované látky se aplikují ve formě vodných postřikových suspenzí, které byly získány z 25% smáčitelného prášku v případě sloučenin A) a B) a z 70% smáčitelného prášku v případě sloučeniny C).

P ř í k l a d 12

Na polních parcelách o ploše 8 m² se nechají růst rostliny cukrové třtiny a plevelné rostliny druhu Panicum maximum. Když rostliny cukrové řepy dosáhly stádia 2 až 5 listů a výšky vzrůstu 20 až 45 cm a plevelné rostliny stádia 1 až 4 listů a výšky vzrůstu 1 až 8 cm, aplikují se testované látky ve formě vodných postřikových suspenzí v množství, které odpovídá 400 litrům na 1 ha, a to postřikem rostlin.

Výsledky tohoto testu jsou shrnuty v dále uvedené tabulce 2.

T a b u l k a 2

Sloučenina	Kg účinné látky na 1 ha	Účinek proti Panicum maximum v % kontroly				Fytotoxicita vůči cukrové třtině		
		dny po aplikaci				42 dnů po aplikaci		
		8	21	42	61			
A	1,0	85	96	98	97		0	
B	1,0	10	0	0	0		0	
C	1,0	10	0	0	0		0	
A	1,5	85	98	98	100		0	
B	1,5	0	0	0	0		0	
C	1,5	20	0	0	0		0	
A	2,0	98	99	100	100		0	
B	2,0	20	30	20	30		0	
C	2,0	40	30	20	20		0	

P ř í k l a d 13

Selektivní herbicidní účinek proti *Cenchrus echinatus* v cukrové třtině

Polní parcely o ploše 8 m², které obsahují semena a klíčky plevelu *Cenchrus echinatus*, se osází cukrovou třtinou. Když rostliny cukrové třtiny dosáhnou stádia 0 až 2 listů a výšky vzrůstu 0 až 15 cm a plevelné rostliny stádia 1 až 3 listů a výšky vzrůstu 0 až 4 cm, aplikují se testované látky na půdu a rostliny ve formě vodných postřikových suspenzí v množství odpovídajícím 400 litrů na 1 ha.

Výsledky tohoto testu jsou shrnuty v následující tabulce 3:

T a b u l k a 3

Sloučenina	Kg účinné látky na 1 ha	Účinek proti <i>Cenchrus echinatus</i> v % kontroly dny po aplikaci					Vedlejší účinky na cukrovou třtinu v % kontroly dny po aplikaci		
		12	26	42	60	77	12	60	77
							B	W	W
A	1,0	96	95	96	85	80	0	0	0
B	1,0	85	50	40	10	0	0	0	0
C	1,0	80	60	50	10	0	0	0	0
A	1,5	97	98	98	90	90	0	0	0
B	1,5	95	70	60	30	20	0	0	0
C	1,5	92	70	60	20	20	0	0	0
A	2,0	98	98	98	95	94	0	0	0
B	2,0	97	70	70	30	20	0	0	0
C	2,0	98	85	80	30	20	0	0	0

B = spáleniny

W = zbrzdění růstu

P ř í k l a d 14

Selektivní herbicidní účinek proti *Brachiaria decumbens* v cukrové třtině

Na polních parcelách o ploše 8 m² se nechají vyrůstat rostliny cukrové třtiny a plevelné rostliny druhu *Brachiaria decumbens*. Když rostliny cukrové třtiny dosáhnou stádia 3 až 6 listů a výšky vzrůstu 30 až 70 cm a když plevelné rostliny dosáhnou stádia 2 až 4 listů a výšky vzrůstu 3 až 10 cm, aplikují se na rostliny testované látky ve formě vodných postřikových suspenzí v množství, které odpovídá 400 litrům na 1 ha.

Výsledky tohoto testu jsou shrnuty v následující tabulce 4.

T a b u l k a 4

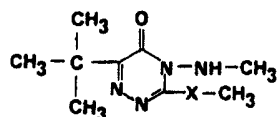
Sloučenina	Kg účinné látky na 1 ha	Účinek proti <i>Brachiaria decumbens</i> v % kontroly dny po aplikaci			Vedlejší účinky na cukro- vou třtinu v % kontroly dny po aplikaci	
		21	42	64	7 V	42 Ph
A	1,0	85	90	94	0	0
B	1,0	50	40	70	0	0
C	1,0	70	50	70	0	0
A	2,0	92	92	97	0	0
B	2,0	60	40	70	0	0
C	2,0	85	80	94	0	0
A	4,0	97	96	100	0	0
B	4,0	70	70	85	0	0
C	4,0	94	95	98	0	0

V = zbarvení (příznaky vadnutí)

Ph = fytotoxicita

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Prostředek k boji proti nežádoucímu růstu rostlin, vyznačující se tím, že vedle nosných látek nebo/a dalších přísad obsahuje jako účinnou složku 4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on obecného vzorce I



(I)

v němž

X znamená atom síry nebo iminoskupinu, tj. skupinu -NH-.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačující se tím, že obsahuje 0,1 až 99 % hmotnostních 4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu obecného vzorce I, 99,9 až 1 % hmotnostní jedné nebo několika přísad a až 25 % hmotnostních tensidů.

3. Prostředek podle bodu 2, vyznačující se tím, že obsahuje 0,1 až 95 % hmotnostních 4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu obecného vzorce I, 5 až 99,8 % hmotnostního jedné nebo několika přísad a 0,1 až 25 % hmotnostních tensidů.

4. Způsob výroby 3,4-di-(methylamino)-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu vzorce I účinného podle bodu 1, vyznačující se tím, že se na 3-metyltio-4-amino-6-terc.-butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-on působí

a) nejprve metylhalogenidem nebo dimetylsulfátem za vzniku 3-metyltio-4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu a ten se nechá reagovat s metylaminem, nebo

b) nejprve metylaminem za vzniku 3-methylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu a ten se potom nechá reagovat s metylhalogenidem nebo s dimetylsulfátem.

5. Způsob podle bodu 4, vyznačující se tím, že se reakce 3-metyltio-4-amino-6-terc.-butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu nebo 3-metyltio-4-methylamino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylaminem provádí při teplotě v rozmezí od 100 do 200 °C.

6. Způsob podle bodu 4, vyznačující se tím, že se reakce 3-metyltio-4-amino-6-terc.-butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu nebo 3-methylamin-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylhalogenidem provádí v přítomnosti katalyzátoru fázového přenosu.

7. Způsob podle bodu 6, vyznačující se tím, že se reakce 3-metyltio-4-amino-6-terc.-butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu nebo 3-methylamino-4-amino-6-terc.butyl-4,5-dihydro-1,2,4-triazin-5-onu s metylhalogenidem provádí v přítomnosti organického rozpouštědla, silné báze a katalyzátoru fázového přenosu.

8. Způsob podle bodu 6, vyznačující se tím, že se jako katalyzátoru fázového přenosu používá kvarterní amoniové soli nebo kvarterní amoniumhydroxidu nebo fosfoniové soli.

9. Způsob podle bodu 8, vyznačující se tím, že se jako katalyzátoru fázového přenosu používá benzyltrialkylamoniumhydroxidu, benzyltrialkylamoniumhydrogensulfátu, benzyltrialkylamoniumhalogenidu, tetraalkylamoniumhydroxidu, tetraalkylamoniumhydrogensulfátu nebo tetraalkylamoniumhalogenidu.

10. Způsob podle bodu 9, vyznačující se tím, že se jako katalyzátoru fázového přenosu používá tetraalkylamoniumhalogenidu.