



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

237340
(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 47/34
A 01 N 33/06

(22) Přihlášeno 01 07 82

(21) [PV 4593-83]

(32) [31] [33] Právo přednosti od 08 04 82
[366884] Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 31 08 84

(45) Vydáno 15 04 87

(72)

Autor vynálezu

BUROW KENNETH WAYNE JR., INDIANAPOLIS, INDIANA,
JOHNSON GEORGE WILLIAM, GREENFIELD, INDIANA (Sp. st. a.)

(73)

Majitel patentu

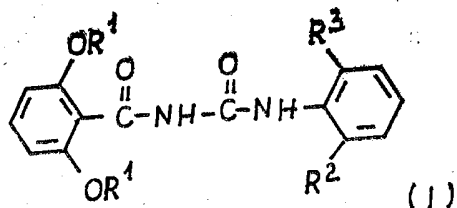
ELI LILLY AND COMPANY, INDIANAPOLIS, INDIANA (Sp. st. a.)

(54) Herbicidní prostředek

1

2

Herbicidní prostředek, vyznačující se tím,
že jako účinnou složku obsahuje kombinaci
sloučeniny obecného vzorce I



ve kterém

oba symboly R¹ jsou stejné a znamenají
methylovou nebo ethylovou skupinu a

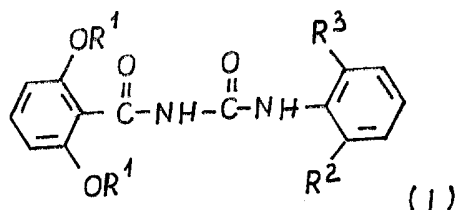
R² a R³ jsou stejné a znamenají atom flu-
oru, atom chloru nebo atom bromu,
a druhého herbicidu vybraného ze skupiny
zahrnující α,α,α -trifluor-2,6-dinitro-N,N-di-
propyl-p-toluidin, N-ethyl-N-(2-methyl-2-
propenyl)-2,6-dinitro-4-(trifluormethyl)-
benzenamin a 3,5-dinitro-4-dipropylamino-
fenylsulfonamid, v hmotnostním poměru
sloučeniny obecného vzorce I k druhému
herbicidu od 4 : 1 do 1 : 3, spolu s jedním
nebo několika zemědělsky upotřebitelnými
nosiči nebo ředidly.

Vynález se týká skupiny nových 1-subst.-benzoyl-3-subst.fenylmočoviny, o nichž bylo zjištěno, že působí jako herbicidy, a jejich kombinací se známými účinnými látkami.

Používání herbicidů k potírání růstu nežádoucí vegetace je po dlouhá léta předmětem značného výzkumného úsilí. Toto potírání nežádoucí vegetace má v zemědělství v četných případech značný ekonomický efekt. S neustálým používáním chemických herbicidů je však spojena řada problémů, včetně znečišťování životního prostředí, snážitelnosti užitkových rostlin, rezistence plevelů, jakož i ekonomické aspekty. V souhlase s tím se stále pokračuje v hledání nových herbicidů přijatelných z ekonomického hlediska, které by byly selektivně toxické pro nežádoucí vegetaci.

1-benzoyl-1-fenylmočoviny, upotřebitelné jako herbicidy, jsou již dávno známé. Pillon a spol. v americkém patentovém spisu číslo 3 384 473 popisuje použití různých 1-fenyl-1-benzoylmočoviny užitečných jako herbicidní činidla. Lehureau a spol. v americkém patentovém spisu č. 3 342 586 široce popisují močoviny vykazující herbicidní účinnost, jako výhodnou skupinu těchto látek však uvádějí pouze 1-fenyl-1-alkanoylmočoviny. V americkém patentovém spisu číslo 4 166 124 a v nizozemském patentovém spisu č. 7 105 350 jsou popsány různé 1-(2,6-dihaloxybenzoyl)-3-fenylmočoviny vykazující insekticidní účinnost.

Vynález popisuje sloučeniny obecného vzorce I



ve kterém

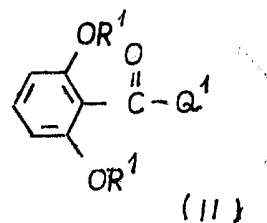
oba symboly R¹ jsou stejné a znamenají methylovou nebo ethylovou skupinu a

R² a R³ jsou stejné a znamenají atom fluoru, atom chloru nebo atom bromu.

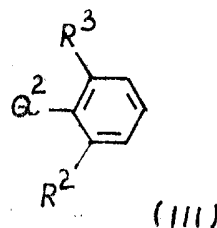
Výhodnou skupinu látek podle vynálezu tvoří sloučeniny obecného vzorce I, v němž R¹ znamená methylovou skupinu a oba symboly R² a R³ představují atomy fluoru.

Předmětem vynálezu jsou kombinované herbicidní prostředky obsahující shora uvedené sloučeniny jako jednu komponentu účinné složky.

2,6-dialkoxybenzoylphenylmočoviny obecného vzorce I se připravují o sobě známým způsobem, například tak, že se 2,6-dialkoxybenzoylderivát obecného vzorce II



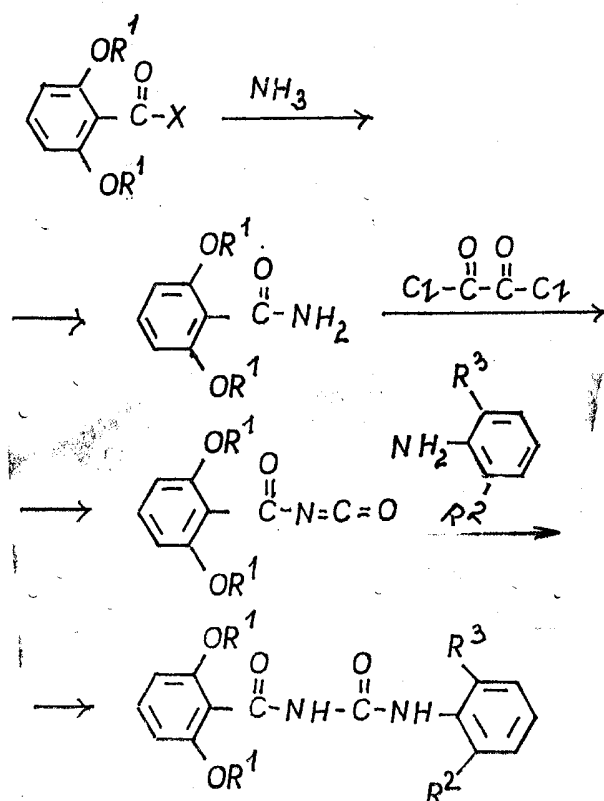
nechá reagovat se substituovaným benzenem obecného vzorce III



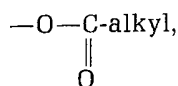
v nichž

R¹, R² a R³ mají shora uvedený význam a jeden ze symbolů Q¹ a Q² představuje aminoskupinu a druhý isokyanatoskupinu.

V souhlase s výhodným způsobem výroby se 2,6-dialkoxybenzoylderivát nechá reagovat s bezvodým amoniakem za vzniku odpovídajícího benzamidu, který se podrobí reakci s chloridem kyseliny šťavelové za vzniku 2,6-dialkoxybenzoylisokyanátu obecného vzorce II, v němž Q¹ znamená isokyanatoskupinu, který se pak podrobí reakci s příslušným substituovaným benzenem obecného vzorce III, ve kterém Q² představuje aminoskupinu, za vzniku odpovídající 1-(2,6-dialkoxybenzoyl)-3-(subst.fenyl)-močoviny obecného vzorce I. Tento postup ilustruje následující reakční schéma:



Ve vzorcích uvedených v tomto schématu mají symboly R^1 , R^2 a R^3 shora uvedený význam a X znamená atom halogenu, hydroxyskupinu, alkoxy skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku nebo skupinu



kde alkyl obsahuje 1 až 6 atomů uhlíku.

Finální reakční stupeň se obecně provádí ve vhodném rozpouštědle a v inertní atmosféře, jako v dusíkové atmosféře. Teplotní rozmezí vhodné pro přidávání reakčních složek se může pohybovat od 0 do 30 °C, s výhodným intervalem 10 až 25 °C v případě, že Q^1 představuje isokyanatoskupinu a v případě, že Q^1 představuje aminoskupinu, se výhodná teplota pohybuje od 25 do 100 °C. Mezi vhodná rozpouštědla náleží ethylacetát, benzen a výše halogenovaná rozpouštědla, s výhodou methylenchlorid, 1,2-dichlorethan a chloroform. Po přidání reakčních složek se teplota reakční směsi obvykle zvýší zhruba z 20 °C na 40 °C. Pokud Q^1 znamená aminoskupinu, může být popřípadě přítomna terciární aminová báze, jako triethylamin nebo pyridin. Reakční směs se zpracovává standardními postupy. Obvykle se buď odfiltruje vysrážený pevný produkt nebo se rozpouštědlo odpaří ve vakuu. Pokud je nutno odstraňovat rozpouštědlo, suspenduje se odparek ve vhodném rozpouštědle, obvykle v alkoholu, a pevný produkt se odfiltruje. Získaný produkt lze

dále čistit překrystalováním nebo sloupčovou chromatografií.

Výchozí substituované aniliny a chloridy kyselin jsou buď dostupné komerčně nebo lze snadno připravit známými metodami.

Typickou přípravu výchozích látek používaných k výrobě sloučenin obecného vzorce I ilustrují následující příklady.

2,6-dimethoxybenzamid

K 2,5 litru diethyletheru se přidá 200 g 2,6-dimethoxybenzoylchloridu, roztok se pod dusíkem ochladí na 5 °C, pak se uvádění dusíku přeruší a do roztoku se po dobu 2 hodin za udržování teploty mezi 5 a 10 °C uvádí plynný amoniak. Reakční směs se ještě 1 hodinu míchá, přičemž se její teplota nechá vystoupit zhruba na 25 °C. Výsledný roztok má pH 9,0. Pevné podíly se odfiltrují a rozmíchají se ve 2 litrech vody, přičemž pH vodné suspenze se hydroxidem amoným upraví na hodnotu 8,0. Pevný materiál se znovu odfiltruje a po promytí vodou se vysuší. Získá se 167 g (92 %) žádaného produktu, který je možno použít v následujícím stupni.

2,6-dimethoxybenzoylisokyanát

167 g 2,6-dimethoxybenzamidů se v dusíkové atmosféře rozmíchá ve 2 litrech toluenu a k roztoku se během 1 hodiny přidá 145 g chloridu kyseliny šťavelové. Výsledný roztok se zahřeje na 60 °C a na této tep-

lotě se udržuje přes noc. Chlorovodík se nechá unikát, přičemž se brání kondenzaci vody a jejímu přístupu do reakční směsi. Reakční směs se 1,5 hodiny zahřívá k varu pod zpětným chladičem (zhruba 110 °C), přičemž se pod její povrch za pomoci uváděčky plynu uvádí dusík. Směs se nechá za neustálého míchání zchladnout zhruba na 30 °C, výsledný roztok se v dusíkové atmosféře zfiltruje přes vrstvu křemeliny a rozpouštědlo se odpaří ve vakuu. Získá se 185 gramů (97 %) olejovitého produktu, který se uchovává pod dusíkem.

Za použití vždy příslušného 2,6-dialkoxybenzoylisokyanátu a substituovaného anilinu je možno připravit sloučeniny obecného vzorce I. V následující části jsou uvedeny typické příklady přípravy těchto sloučenin.

Příklad 1

1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3-(2,6-dichlorfenyl)močovina

V reakční baňce se v dusíkové atmosféře při teplotě zhruba 25 °C rozpustí ve 200 ml 1,2-dichlorethanu 16,2 g 2,6-dichloranilinu. K roztoku se přidá 25 g 2,6-dimethoxybenzoylisokyanátu ve 25 ml 1,2-dichlorethanu a výsledný roztok se po skončení přidávání ještě 2 hodiny zahřívá na 40 °C. Z chromatografie vzorku reakční směsi na tenké vrstvě silikagelu v diethyletheru vyplývá, že směs již neobsahuje žádný 2,6-dichloranilin. Rozpouštědlo se odpaří ve vakuu, zbytek se rozmíchá v methanolu, pevný materiál se odfiltruje a promyje methanolem. Získá se 26,5 g (72 %) žádaného produktu.

Analýza:
pro $C_{16}H_{14}Cl_2N_2O_4$

vypočteno
52,02 % C, 3,82 % H, 7,59 % N;

nalezeno
51,81 % C, 3,69 % H, 7,36 % N.

NMR:

δ	tvár signálu a počet protonů	skupina
3,8	s, 6H	2, OCH ₃
6,7	d, 2H	p-H na kruzích
7,4	m, 4H	4-H na kruzích
10,1	s, 1H	NH
10,9	s, 1H	NH

Příklad 2

1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3-(2,6-difluorfenyl)močovina

60 g 2,6-difluoranilinu se rozpustí v 1500 mililitrech methylenchloridu, roztok se ochladí na 10 °C a v dusíkové atmosféře se k

němu přikape 90 g 2,6-dimethoxybenzoylisokyanátu ve 200 ml methylenchloridu. Směs se 3 hodiny míchá při teplotě 25 °C, pak se pevný materiál odfiltruje a promyje se vodou. Filtrát se odpaří k suchu, k zbytku se přidá 150 ml diethyletheru a 150 ml ethanolu, a pevný materiál se znovu odfiltruje. Získá se 89,0 g žádaného produktu (60 %). Produkt taje při 199 až 200 °C.

Analýza:
pro $C_{16}H_{14}F_2N_2O_4$

vypočteno
57,15 % C, 4,20 % H, 8,33 % N;

nalezeno
57,20 % C, 4,36 % H, 8,33 % N.

Postupem podle příkladu 2 se vyrobí následující sloučeniny.

Příklad 3

1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3-(2,6-dibromfenyl)močovina

Sloučenina uvedená v názvu taje při 214 až 215 °C.

Analýza:
pro $C_{16}H_{14}Br_2N_2O_4$

vypočteno
41,95 % C, 3,08 % H, 6,12 % N;

nalezeno
41,89 % C, 2,93 % H, 5,98 % N.

Příklad 4

1-(2,6-diethoxybenzoyl)-3-(2,6-difluorfenyl)močovina

Sloučenina uvedená v názvu taje při 129 až 130 °C.

Analýza:
pro $C_{18}H_{18}F_2N_2O_4$

vypočteno
59,34 % C, 4,98 % H, 7,69 % N;

nalezeno
59,08 % C, 5,10 % H, 7,52 % N.

Bylo zjištěno, že nové sloučeniny obecného vzorce I vykazují užitečnou herbicidní účinnost při postemergentní a preemergentní aplikaci proti řadě různých druhů plevelů. Popisované sloučeniny je možno aplikovat přímo na rostliny pokud jsou mladé, s výhodou se však aplikují do půdy před vzejitím rostlin. Tyto sloučeniny je možno buď aplikovat do půdy za použití obvyklého diskového kultivátoru nebo bran před

setím žádané užitkové rostliny, nebo je lze aplikovat na povrch půdy před vzejitím rostlin. Při tomto posledně zmíněném postupu se účinné látky do půdy nezapravují, a-

le nechají se do ní pouze vyluhovat například pomocí deště.

Sloučeniny obecného vzorce I vykazují účinnost proti široké paletě různých druhů plevelů, včetně následujících:

Chenopodium album
Amaranthus retroflexus
Xanthium orientale
Ambrosia artemisiifolia
Datura stramonium
Ipomoea purpurea
Digitaria sanguinalis
Echinochloa crus galli
Brassica juncea
Setaria viridis
Avena sativa
Abutilon theophrasti
Zinia elegans
Portulaca oleracea
Sida spinosa
Panicum dichotomiflorum
Bidens frondosa
Eclipta juncea
Alopecurus myosuroides
Galium aparine
Matricaria chamomilla
Stellaria media
Varonica persica
Acanthospermum hispidum
Cenchrus echinatus
Eleusine indica
Richardia brasiliensis
Solanum spp.

merlík bílý
 laskavec ohnutý
 řepa
 ambrózie
 durman panenská okurka
 povijnice
 rosička krvavá
 ježatka kuří noha
 brukev sítinovitá
 bér zelený
 oves hluchý
 abutilon
 ostálka
 šrucha zelná

dvouzubec

psárka polní
 svízel přítula
 heřmánek
 ptačinec žabinec
 rozrazil perský

eleusin

lilek

a proti řadě jiných druhů zahrnujících nežádoucí plevely a travnaté plevely.

Bylo rovněž zjištěno, že sloučeniny obecného vzorce I jsou bezpečné pro širokou paletu žádaných rostlin, takže vykazují je-

dinečnou selektivitu. Jako reprezentativní příklady druhů užitkových rostlin relativně snášejících sloučeniny podle vynálezu, v závislosti na použité koncentraci, se uvádějí:

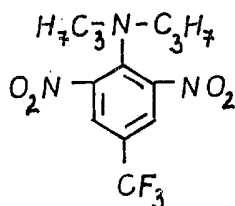
Zea mays
Triticum aestivum
Oryza sativa
Hordeum vulgare
Glycine max
Gossypium hirsutum
Sorghum vulgare var.
Saccharatum
Pisum sativum
Medicago sativa
Cucumis sativus
Lycopersicon esculentum
Arachis hypogaea
Beta vulgaris
Brassica napus
Brassica oleracea capitata
Brassica rapa

kukuřice
 pšenice
 rýže
 ječmen
 sója
 bavlník

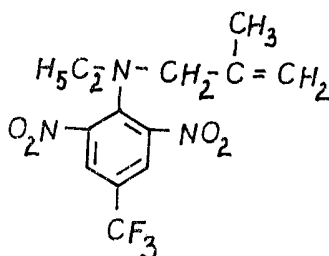
čirok cukrový
 hrách
 vojtěška
 okurka
 rajče
 podzemnice olejná
 řepa cukrová
 řepka olejka
 zelí hlávkové
 vodnice

Jak již bylo uvedeno výše, je možno sloučeniny obecného vzorce I používat v kombinaci s dalšími herbicidy. Takovéto kombinace jsou výhodné v případě, že je žádoucí širší spektrum herbicidní účinnosti proti nežádoucí vegetaci než je možno dosáhnout při použití samotného herbicidu podle vy-

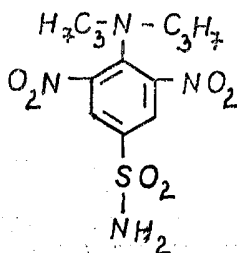
nálezu. Tak například je možno sloučeniny podle vynálezu kombinovat s herbicidy hubícími travnaté rostliny. Mezi výhodné herbicidy proti travnatým plevelům, použitelné do kombinací tvořících předmět vynálezu, náleží trifluralin, tj. α,α,α -trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropyl-p-toluidin vzorce



ethalfluralin, tj. N-ethyl-N-(2-methyl-2-propenyl)-2,6-dinitro-4-(trifluormethyl)-benzenamin vzorce



a oryzalin, tj. 3,5-dinitro-4-dipropylamino-fenylsulfonamid vzorce



Nejvýhodější kombinace podle vynálezu je tvořena trifluralinem a 1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3-(2,6-difluorfenyl)močovinou.

Vynález rovněž popisuje způsob hubení nežádoucích rostlin, který se vyznačuje tím, že se na tyto rostliny aplikuje kombinace benzoylfenylmočoviny obecného vzorce I spolu s dalším herbicidem, v účinném množství inhibujícím růst rostlin. Aplikační dávka, potřebná pro ten který jednotlivý herbicid ve shora uvedené kombinaci, závisí na řadě faktorů, včetně typu plevelů a trav, které se mají potírat, na druhu herbicidů, které se budou v kombinaci používat, na klimatických a půdních podmínkách, na populaci plevelů a na příbuzných faktorech. Obecně se sloučeniny podle vynálezu používají v kombinaci s dalšími herbicidy v poměru zhruba 1 až 10 dílů hmotnostních benzoylfenylmočoviny podle vynálezu k zhruba 10 až 1 dílu hmotnostnímu dalšího herbicidu. S výhodou se tyto poměry účinných látek pohybují od 1 do 4 dílů hmotnostních sloučeniny obecného vzorce I k 3 až 1 dílu hmotnostnímu dalšího herbicidu. Zvlášť výhodná kombinace obsahuje jednotlivé her-

bicidně účinné složky v hmotnostním poměru zhruba 1 : 1. Kombinace podle vynálezu se aplikují v dávkách účinně hubících nežádoucích rostlin v žádané míře.

Tyto dávky se obecně pohybují zhruba od 0,056 do cca 16,8 kg účinné složky na hektar. Popisované účinné složky se s výhodou aplikují v dávkách zhruba od 0,28 do 8,96 kg/ha. Potřebná koncentrace účinné složky v tom kterém případě se mění v závislosti na potíraném druhu plevelu, na typu prostředku, typu půdy, klimatických podmínkách apod.

Shora používaným výrazem „nežádoucí vegetace“ se míní jak plevely tak semena plevelů, které jsou přítomné na místě, jež se bude ošetřovat sloučeninou obecného vzorce I v kombinaci s dalším herbicidem. Popisované účinné složky je možno aplikovat do půdy k selektivnímu hubení nežádoucích rostlin, k němuž dochází tím, že semena plevelů v době klíčení a vzcházení přicházejí do styku s ošetřenou půdou. Účinné složky podle vynálezu lze rovněž používat k přímému ničení vzešlých plevelů kontaktem s nadzemními částmi těchto rostlin.

Účinné složky podle vynálezu lze rovněž spolu s vhodným, zemědělsky upotřebitelným nosičem nebo ředidlem, zpracovávat na příslušné prostředky. Tyto prostředky obsahují, v závislosti na žádaném typu prostředku, zhruba od 0,1 do cca 95,0 % hmotnostních účinné složky. Přednost se dává prostředkům aplikovatelným postřikem, a to vzhledem k rychlosti a ekonomičnosti jejich aplikace.

Práškové prostředky obvykle obsahují zhruba od 0,1 do 10 % účinné složky. Práškové prostředky se připravují důkladným smísením a jemným rozemletím účinné složky s inertní pevnou látkou, jako s drcenou montmorillonitickou hlinkou, attapulgitovou hlinkou, mastkem, drcenou sopečnou horninou, kaolinovou hlinkou nebo s jinými inertními, relativně hutnými a levnými materiály.

Většina prostředků obsahujících účinné složky podle vynálezu je ve formě koncentrovaných prostředků k postřikové aplikaci ve formě vodných disperzí či emulzí obsahujících zhruba 0,1 až cca 10 % účinné složky. Ve vodě dispergovatelné nebo emulgovatelné prostředky mohou být buď pevné (obvykle známé jako smáčitelné prášky) nebo kapalné (obvykle známé jako emulgovatelné koncentráty).

Typický smáčitelný prášek je tvořen homogenní směsí účinné složky, inertního nosiče a povrchově aktivních činidel. Koncentrace účinné složky se obvykle pohybuje zhruba od 25 % do 90 % hmotnostních. Inertní nosič se obvykle vybírá ze skupiny materiálů zahrnující attapulgitické hlínky, montmorillonitické hlínky, infusoriové hlínky a vyčištěné silikáty. Povrchově aktivní látky, tvořící cca od 0,5 % do cca 10 %

hmotnostních smáčitelného prášku, se volí ze skupiny zahrnující sulfonované ligniny, kondenzované naftalensulfonáty a alkylsulfáty.

Typický emulgovatelný koncentrát obsahuje zhruba 12 až 720 g účinné složky v 1 litru kapaliny, přičemž účinná složka je rozpuštěna ve směsi organických rozpouštědel a emulgátorů. Organické rozpouštědlo se k tomuto účelu volí s přihlédnutím k jeho rozpouštěcí schopnosti a ceně. Mezi použitelná rozpouštědla náleží aromatická rozpouštědla, zejména xyleny a aromatické ropy. Mohou se přidávat také hydrofilní pomocná rozpouštědla, jako cyklohexanon a glykolethery, například 2-methoxyethanol. Je možno používat i jiná organická rozpouštědla, včetně terpenických rozpouštědel a petroleje. Vhodné emulgátory pro přípravu emulgovatelných koncentrátů se volí ze skupiny zahrnující alkylbenzensulfonáty, naftalensulfonáty a neionogenní povrchově aktivní činidla, jako adiční produkty alkylfenolů s ethylenoxidem, přičemž tyto emulgátory se používají ve stejných procentických koncentracích jako v případě smáčitelných prášků.

Pevné granulované prostředky jsou vhodné při aplikaci do půdy a obsahují účinnou složku v množství zhruba od 0,1 do 20 % hmotnostních. Granule jsou tvořeny účinnou složkou nanesenou na granulovaném inertním nosiči, jako je hrubě drcená hlínka o velikosti částic zhruba od 0,1 do 3 mm. Účinná složka se na tuto hlinku nejúčelněji aplikuje tak, že se rozpustí v levném rozpouštědle a roztok se ve vhodné míchačce aplikuje na hlinku o žádané velikosti částic.

Účinné prostředky se aplikují na rostliny způsoby běžnými v agrochemii. Prostředky aplikovatelné postřikem se snadno aplikují za pomoci libovolného z četných typů postřikovačů známých a dostupných v daném oboru. Vhodná a účinná jsou samohybná postřiková zařízení, postřiková zařízení namontovaná na traktor a vlečná postřiková zařízení, která aplikují ve vodě dispergované prostředky pomocí kalibrovaných rozprašovacích trysek. Vhodná jsou rovněž odměrná aplikační zařízení, která mohou aplikovat přesně odměřená množství granulovaných prostředků do půdy. Obsluha aplikačního zařízení potřebuje pouze dbát na nastavení zařízení k aplikaci příslušného množství ve vodě dispergovaného nebo granulovaného prostředku na hektar, aby se docílilo žádané aplikační dávky účinné látky, a aby se dosáhlo žádané aplikační dávky účinné látky, a aby se dosáhlo rovnoměrného rozptýlení tohoto množství na ošetřované rostliny.

Účinné látky kombinací podle vynálezu je možno smísit jako takové a pak společně upravit na příslušný prostředek, nebo je lze individuálně zpracovat na vhodné prostředky a ty pak aplikovat jako kombinaci nebo individuálně na místo výskytu nežádoucích rostlin.

Následující příklady slouží k ilustraci typických herbicidních prostředků obsahujících jako účinnou složku samotnou sloučeninu obecného vzorce I

Smáčitelný prášek

složka	koncentrace (% hmotnostní)
1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3- -(2,6-difluorfenyl)močovina	50,0
neionogenní smáčedlo (Igepal)	5,0
dispergátor na bázi lignosulfonátu (Polyfon O)	5,0
srážený hydratovaný kysličník křemičitý jako botnadlo (Zeolex 7)	5,0
hlínka	35,0
	100,0

Jednotlivé složky se smísí a rozemelou na volně tekoucí prášek, který je možno k běžné postřikové aplikaci suspendovat ve vodě. Jako účinnou látku ve shora uvedeném prostředku je pochopitelně možno použít libovolnou ze sloučenin obecného vzorce I nebo její kombinaci s dalším herbicidem.

Vodná suspenze

složka	koncentrace (% hmotnostní)
1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3- -(2,6-dichlorfenyl)močovina	45,00
anionogenní smáčedlo a dispergátor na bázi lignosulfonátu (Polyfon H)	5,00
gelotvorné činidlo typu hlínky (Min-u-gel 200)	2,00
protipěnová přísada (Antifoam C)	0,05
voda	47,95
	100,00

Shora uvedené složky se důkladně promísí a jemně se rozemelou za vzniku vhodné suspenze, která se na místě aplikace dále ředí vodou. Jako účinnou látku ve shora uvedeném prostředku je pochopitelně možno použít libovolnou ze sloučenin obecného vzorce I nebo její kombinaci s dalším herbicidem.

Popraš

složka	koncentrace (% hmotnostní)
1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3- -(2,6-difluorfenyl)močovina	5,00
infusoriová hlínka (Diatomit	95,00
	100,00

Benzoylphenylmočovina se důkladně promísí s infusoriovou hlinkou a směs se rozemele na jemný prášek s jednotnou velikostí částic zhruba od 16 do 40 μm . Takto získanou popraš je možno aplikovat řadou běžných metod, například letecky. Jako účinnou látku ve shora uvedeném prostředku je pochopitelně možno použít libovolnou ze sloučenin obecného vzorce I nebo její kombinaci s dalším herbicidem.

Granulát

složka	koncentrace (% hmotnostní)
1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3- -(2,6-difluorfenyl)močovina	5,0
aromatická ropa	5,0
granulovaná hlínka (Florex 30/60)	90,0
	100,0

Herbicidně účinná látka se rozpustí v ropě a nastříká se na granulovanou hlinku, obvykle za míchání, načež se výsledný granulát prosije na jednotný rozměr částic. Jako účinnou látku ve shora uvedeném prostředku je pochopitelně možno použít libovolnou ze sloučenin obecného vzorce I nebo její kombinaci s dalším herbicidem.

V následující části je uveden příklad typického herbicidního prostředku obsahujícího kombinaci podle vynálezu.

Tank-mix preparát

složka	% hmotnostní
1-(2,6-dimethoxybenzoyl)-3- -(2,6-difluorfenyl)močovina ve formě 50% smáčitelného prášku	60,0
trifluralin ve formě granulovatelného koncentráту (480 g/litr)	40,0
	100,0

Smáčitelný prášek obsahující 50 % hmotnostních účinné látky obecného vzorce I se vnese do vody a k směsi se za míchání přidá emulgovatelný koncentrát obsahující 480 g trifluralinu v litru. Výsledná směs se nastříká na povrch půdy, načež se před setím obvykle zapraví do hloubky zhruba 7,5 až 10 cm.

Herbicidní účinnost reprezentativních kombinací podle vynálezu ilustrují následující polní pokusy.

P o k u s 1

Provádí se polní pokus za použití sloučeniny z výše uvedeného příkladu 2 a trifluralinu jako účinných složek. Pro použití v tomto pokusu se z těchto účinných látek připraví tank-mix preparát tak, že se sloučenina z příkladu 2 ve formě 50% smáčitelného prášku vnese za míchání do vody a tato směs se smísí s emulgovatelným koncentrátem obsahujícím v litru 480 g trifluralinu. Tento kombinovaný prostředek se před setím zapraví do půdy do hloubky 7,5 centimetru a tentýž den se ošetřená půda oseje sójou a bavlníkem. Dosažené výsledky, uvedené v následující tabulce I, se vyjadřují jako inhibice v procentech.

T a b u l k a I

Účinnost kombinace sloučeniny z příkladu 2 a trifluralinu

aplikovaná dávka (kg/ha) sloučenina z příkladu 2 + trifluralin	počet dnů po zasetí	inhibice v %				
		sója	bavlník	durman	bér	řepěň
2,24 + 0,56	20	0,3	5,0	100,0	97,5	99,5
	35	0	0	100,0	97,5	98,2
1,68 + 0,56	20	0	0	98,8	100,0	99,7
	35	0	0	97,5	98,8	98,8
1,12 + 0,56	20	0	0	98,2	99,0	98,0
	35	0	0	94,5	95,7	94,5
0,56 + 0,56	20	0	0	93,8	100,0	93,5
	35	0	0	73,8	99,5	87,5

P o k u s 2

V Mississippi byl rovněž proveden polní pokus za použití kombinace sloučeniny z příkladu 2 a trifluralinu v bavlníku proti široké paletě různých druhů plevelů. Z kombinace účinných látek byl připraven

tank-mix preparát, který byl před setím zapraven do půdy stejně jako v předcházejícím pokusu. Užitková rostlina byla zaseta za 5 dnů po ošetření.

Výsledky dosažené při tomto testu jsou uvedeny v následující tabulce II

T a b u l k a II

zjišťovaný účinek	počet dnů po ošetření	aplikovaná dávka (kg/ha) sloučenina z příkladu 2 + trifluralin	účinnost (%)
poškození rostlin bavlníku vysokých 5 až 7,5 cm	40	2,24 + 0,84	0
		1,68 + 0,84	0
		1,12 + 0,84	0
		0,84 + 0,84	0
		0,56 + 0,84	0
		0,28 + 0,84	0
		neošetřená kontrola	0
poškození rostlin bavlníku v raném stadiu kvetení	90	2,24 + 0,84	0
		1,68 + 0,84	0
		1,12 + 0,84	0
		0,84 + 0,84	0
		0,56 + 0,84	0
		0,28 + 0,84	0
		neošetřená kontrola	0
poškození rostlin bavlníku majících 50 až 60 % tobolek otevřených	181	2,24 + 0,84	0
		1,68 + 0,84	0
		1,12 + 0,84	0
		0,84 + 0,84	0
		0,56 + 0,84	0
		0,28 + 0,84	0
		neošetřená kontrola	0
počet rostlin bavlníku vždy na dvou třímetrových řádcích	51	2,24 + 0,84	109,7
		1,68 + 0,84	102,6
		1,12 + 0,84	97,4
		0,84 + 0,84	90,3
		0,56 + 0,84	102,6
		0,28 + 0,84	95,4
		neošetřená kontrola	100,0
výnos semen bavlníku vždy z plochy 29,5 m ²	195	2,24 + 0,84	116,7
		1,68 + 0,84	134,4
		1,12 + 0,84	126,7
		0,84 + 0,84	132,2
		0,56 + 0,84	118,9
		0,28 + 0,84	113,3
		neošetřená kontrola	100,0
vyhubení laskavce	40	2,24 + 0,84	100,0
		1,68 + 0,84	100,0
		1,12 + 0,84	100,0
		0,84 + 0,84	100,0
		0,56 + 0,84	100,0
		0,28 + 0,84	100,0
		neošetřená kontrola	0
	90	2,24 + 0,84	100,0
		1,68 + 0,84	100,0
		1,12 + 0,84	100,0
		0,84 + 0,84	100,0
		0,56 + 0,84	100,0
		0,28 + 0,84	100,0
		neošetřená kontrola	0
	181	2,24 + 0,84	100,0
		1,68 + 0,84	100,0
		1,12 + 0,84	100,0
		0,84 + 0,84	100,0

zjišťovaný účinek	počet dnů po ošetření	aplikovaná dávka (kg/ha) sloučenina z příkladu 2 + trifluralin	účinnost (%)
vyhubení šruchy	40	0,56 + 0,84	100,0
		0,28 + 0,84	100,0
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	100,0
		1,68 + 0,84	100,0
		1,12 + 0,84	100,0
		0,84 + 0,84	100,0
		0,56 + 0,84	98,3
		0,28 + 0,84	100,0
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	100,0
		1,68 + 0,84	100,0
		1,12 + 0,84	100,0
		0,84 + 0,84	100,0
vyhubení bérů	40	0,56 + 0,84	100,0
		0,28 + 0,84	93,3
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	100,0
		1,68 + 0,84	99,3
		1,12 + 0,84	100,0
		0,84 + 0,84	100,0
		0,56 + 0,84	100,0
		0,28 + 0,84	100,0
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	33,3
		1,68 + 0,84	6,7
		1,12 + 0,84	0
		0,84 + 0,84	0
vyhubení Sida spinosa	40	0,56 + 0,84	0
		0,28 + 0,84	0
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	60,0
		1,68 + 0,84	0
		1,12 + 0,84	0
		0,84 + 0,84	0
		0,56 + 0,84	16,7
		0,28 + 0,84	0
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	75,0
		1,68 + 0,84	23,3
		1,12 + 0,84	0
		0,84 + 0,84	10,0
vyhubení řepě	40	0,56 + 0,84	13,3
		0,28 + 0,84	0
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	93,3
		1,68 + 0,84	96,7
		1,12 + 0,84	90,0
		0,84 + 0,84	78,3
		0,56 + 0,84	53,3
		0,28 + 0,84	20,0
		neošetřená kontrola	0
		2,24 + 0,84	100,0
		1,68 + 0,84	100,0
		1,12 + 0,84	100,0
		0,84 + 0,84	100,0
vyhubení řepě	90	0,56 + 0,84	96,7
		0,28 + 0,84	93,7
		neošetřená kontrola	0

Pokus 3

V Brazílii byl proveden polní pokus k vyhodnocení herbicidní účinnosti sloučeniny z příkladu 2, a to jak samotné tak v kombinaci buď s ethalfluralinem nebo oryzalinem, jakož i snášitelnosti této účinné látky nebo jejích kombinací pro užitkové rostliny. Pro oba tyto testy se sloučenina z příkladu 2 upravuje na 50% smáčitelný prášek. Pro kombinování se sloučeninou z příkladu 2 se oryzalin upravuje na vodnou suspenzi obsahující účinnou látku v koncentraci 480 gramů na litr. Při shora zmíněném testu se oba prostředky smísí přímo v postřikovacím zařízení (tank-mix) a aplikují se na povrch

půdy po zasetí. Ethalfluralin se upravuje na emulgovatelný koncentrát obsahující účinnou látku v koncentraci 360 g/litr, kombinuje se se sloučeninou z příkladu 2 a zředí se vodou, čímž se znovu získá tank-mix preparát. Tento preparát se pak po zasetí zapravuje do půdy pomocí bran s ohebnými hřeby. Zaznamenávají se výsledky vizuálního porovnání stavu na ošetřených a neošetřených kontrolních políčkách. V následující tabulce III jsou uvedeny výsledky dosažené při aplikaci kombinace sloučeniny z příkladu 2 a ethalfluralinu, a v tabulce IV výsledky dosažené při aplikaci kombinace sloučeniny z příkladu 2 a oryzalinu.

Tabulka III

Účinnost kombinace sloučeniny z příkladu 2 a ethalfluralinu

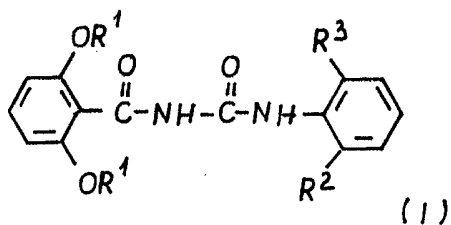
zjišťovaný účinek	počet dnů po ošetření	ošetření	aplikovaná dávka (kg/ha)	účinnost (%)
poškození rýže	16	sloučenina	1,5 + 0,9	0
		z příkladu 2	1,0 + 0,9	0
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	0
			0,5 + 0,9	1,3
	37	sloučenina		0
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 0,9	0
		z příkladu 2	1,0 + 0,9	0
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	2,5
			0,5 + 0,9	2,5
		sloučenina		0
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 0,9	0
poškození kořenů rýže	16	z příkladu 2	1,0 + 0,9	0
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	0
			0,5 + 0,9	0
		sloučenina		0
	37	z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 0,9	0
		z příkladu 2	1,0 + 0,9	2,5
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	0
			0,5 + 0,9	0
		sloučenina		0
		z příkladu 2	1,0	0
vyhubení eleusine	37	neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 0,9	97,5
		z příkladu 2	1,0 + 0,9	97,5
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	95,0
			0,5 + 0,9	95,0
		sloučenina		0
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 0,9	75,0
		z příkladu 2	1,0 + 0,9	82,5
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	77,5
			0,5 + 0,9	66,3
vyhubení povijnice	37	sloučenina		0
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 0,9	75,0

zjišťovaný účinek	počet dnů po ošetření	ošetření	aplikovaná dávka (kg/ha)	účinnost (%)
vyhubení šruchy	37	sloučenina	1,5 + 0,9	97,5
		z příkladu 2	1,0 + 0,9	100,0
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	100,0
			0,5 + 0,9	100,0
vyhubení „Brazil Calalilly“	37	sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	100,0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 0,9	90,0
		z příkladu 2	1,0 + 0,9	82,5
		+ ethalfluralin	0,75 + 0,9	82,5
			0,5 + 0,9	77,5
		sloučenina		
poškození sóji	17	z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 1,5	0
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	0
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	0
		sloučenina		
	31	z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 1,5	7,5
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	0
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	0
		sloučenina		
vzcházení sóji	31	z příkladu 2	1,0	5,0
		neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 1,5	82,7
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	75,6
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	96,6
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	82,2
		neošetřená kontrola		100,0
poškození kořenů sóji	17	sloučenina	1,5 + 1,5	0
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	0
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	0
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
	31	sloučenina	1,5 + 1,5	10,0
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	7,5
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	10,0
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	5,0
		neošetřená kontrola		0
vyhubení Cenchrus echinatus	31	sloučenina	1,5 + 1,5	98,2
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	95,0
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	96,3
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
vyhubení rosičky krvavé	31	sloučenina	1,5 + 1,5	100,0
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	100,0
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	100,0
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0
vyhubení povíjnice	31	sloučenina	1,5 + 1,5	92,0
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	90,0
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	85,0
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		0

21		22		
zjišťovaný účinek	počet dnů po ošetření	ošetření	aplikovaná dávka (kg/ha)	účinnost (%)
vyhubení šruchy	31	sloučenina	1,5 + 1,5	100,0
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	100,0
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	100,0
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	98,8
vyhubení Sida spinosa	31	neošetřená kontrola		0
		sloučenina	1,5 + 1,5	97,5
		z příkladu 2	1,0 + 1,5	96,3
		+ oryzalin	0,75 + 1,5	100,0
		sloučenina		
		z příkladu 2	1,0	0
		neošetřená kontrola		

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Herbicidní prostředek, vyznačující se tím, že jako účinnou složku obsahuje kombinaci sloučeniny obecného vzorce I



ve kterém

oba symboly R¹ jsou stejné a znamenají methylovou nebo ethylovou skupinu a

R² a R³ jsou stejné a znamenají atom fluoru, atom chloru nebo atom bromu, a druhého herbicidu vybraného ze skupiny zahrnující α,α,α -trifluor-2,6-dinitro-N,N-dipropyl-p-toluidin, N-ethyl-N-(2-methyl-2-propenyl)-2,6-dinitro-4-(trifluormethyl)-benzenamin a 3,5-dinitro-4-dipropylaminofenylsulfonamid, v hmotnostním poměru sloučeniny obecného vzorce I k druhému herbicidu od 4 : 1 do 1 : 3, spolu s jedním nebo několika zemědělsky upotřebitelnými nosiči nebo ředidly.