



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

241135

(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴

C 13 D 1/00//
A 01 N 37/18

/22/ Přihlášeno 14 01 83
/21/ PV 269-83
/32/ /31//33/ Právo přednosti od 08 02 82
/346 687/ Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 13 06 85

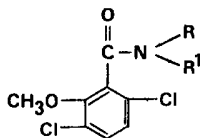
(45) Vydáno 15 12 87

(72) Autor vynálezu STACH LEONARD J., RIVERSIDE, ILLINOIS /Sp. st. a./

(73) Majitel patentu VELSICOL CHEMICAL CORPORATION, CHICAGO, ILLINOIS /Sp. st. a./

(54) Způsob zvýšení izolovatelného množství cukru v cukrové řepě

Způsob zvýšení izolovatelného množství cukru v cukrové řepě, vyznačující se tím, že se rostliny cukrové řepy uvedou ve styk s účinným množstvím alespoň 0,35 g/ha benzamidů kyseliny 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoové, urychlující zrání cukru s obecným vzorcem



kde

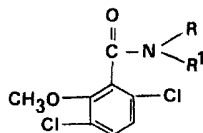
R znamená atom vodíku, alkyl, alkoxy-
skupinu nebo hydroxyalkylovou skupinu
vždy o 1 až 6 atomech uhlíku, a

R¹ znamená hydroxyskupinu, alkyl, alkoxy-
skupinu, hydroxyalkylovou skupinu
vždy o 1 až 6 atomech uhlíku,
2 až 10 týdnů před sklizní.

Vynález se týká způsobu zvýšení izolovatelného množství cukru v cukrové řepě. Při provádění způsobu podle vynálezu se zvyšuje množství izolovatelného cukru v cukrové řepě tak, že se na tyto rostliny působí v průběhu růstu benzamidů kyseliny 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoové.

Až dosud nebyly známy žádné sloučeniny svrchu uvedeného typu s podobným účinkem.

Předmětem vynálezu je tedy způsob zvýšení izolovatelného množství cukru v cukrové řepě, vyznačující se tím, že se rostliny cukrové řepy uvedou ve styk s účinným množstvím alespoň 0,35 g/ha benzamidů kyseliny 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoové, urychlujících zrání cukru s obecným vzorcem

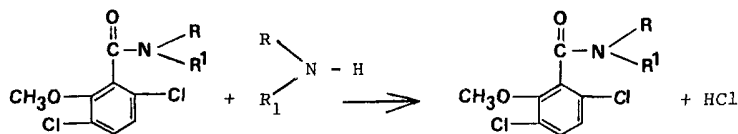


kde

R znamená atom vodíku, alkyl, alkoxykupinu nebo hydroxyalkylovou skupinu vždy o 1 až 6 atomech uhlíku a

R¹ znamená hydroxykupinu, alkyl, alkoxykupinu, hydroxyalkylovou skupinu, vždy o 1 až 6 atomech uhlíku,
2 až 10 týdnů před sklizní.

Svrchu uvedené sloučeniny je možno získat tak, že se uvede v reakci odpovídající chlorid kyseliny s aminem podle následujícího reakčního schématu:



kde

R a R¹ mají svrchu uvedený význam.

Vynález bude osvětlen následujícími příklady. Uvedené benzamidové sloučeniny jsou v literatuře popsány.

P ř í k l a d 1

Způsob výroby N,N-dimethyl-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamidu

150 ml vody a 300 g uhličitane draselného se vloží do reakční baňky o objemu 3 litry s třemi hrdly, opatřené míchadlem, teploměrem a lázní z vody a ledové drti. Po ukončení exotermní reakce se ke směsi po malých částech přidá 70 ml etheru za míchání v průběhu 10 minut.

Pak se přidá po kapkách za stálého míchání 300 g 1,25 molu 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoylchloridu tak, aby reakční teplota nepřekročila 7 °C. Pak se reakční směs míchá přes noc. Nerozpustné soli se odfiltrují a filtrát se promyje 20% uhličitane sodným.

Etherový extrakt se vysuší síranem hořečnatým, zfiltruje a destiluje na parní lázni.

Kapalný zbytek se destiluje ve vakuu při použití Claisenovy hlavy. Požadovaný produkt se odbírá při teplotě 107 až 108 °C při tlaku 20 Pa, jde o čirý bílý produkt.

P ř í k l a d 2

Způsob výroby N,N-/2-hydroxyethyl/-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamidů

11 g /0,105 molu/ diethanolaminu, 12 g triethylaminu a 100 ml toluenu se vloží do reakční baňky o objemu 250 ml, opatřené třemi hrdly, míchadlem, teploměrem a zpětným chladičem. K reakční směsi se nálevkou přidá 23,9 g /0,1 molu/ chloridu kyseliny 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoové ve 25 ml toluenu.

Reakční směs se míchá 2 hodiny a pak se zfiltruje. Pevný podíl se oddělí, zahřeje se v ethylacetátu a zfiltruje. K olejovitému zbytku se přidá toluen, směs se zahřeje až do rozpuštění olejovitého zbytku a pak se zchladí.

Požadovaný produkt se nejprve vyloučí jako olej, který pak krystalizuje. Ve výtěžku 76 % se tímto způsobem získá 23,6 g výsledného produktu.

P ř í k l a d 3

Způsob výroby N-hydroxy-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamidů

359,7 g /2,6 mmolu/ uhličitanu draselného se rozpustí ve 400 ml vody ve skleněné reakční baňce o objemu 5 litrů, se třemi hrdly, opatřenými míchadlem, teploměrem a nálevkou. K obsahu baňky se přidá 2,5 litru etheru a obsah baňky se zchladí na 0 až 5 °C při použití směsi vody, ledu a soli.

Ke zchlazenému roztoku se po částech za stálého míchání přidá 181,7 g /2,6 molu/ hydroxylaminhydrochloridu. Roztok se ještě další hodinu míchá, po této době je reakce ukončena. Pak se nálevkou přidá 479,7 g /2,0 molu/ chloridu kyseliny 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoové, přičemž teplota směsi se udržuje v rozmezí 0 až 5 °C.

Po skončení přidávání se směs míchá ještě 2 hodiny. Vyloučí se bílá pevná látka, která se rozruší energickým mícháním a oddělí se filtrací. Pak se připraví 10% kyselina chlorovodíková z 369 g koncentrované kyseliny chlorovodíkové a 1 030 ml vody.

Pevný podíl se přidá k této zředěné kyselině chlorovodíkové a směs se míchá ještě 2 hodiny. Pak se přidá k Büchnerovu filtru s obsahem uvedeného roztoku voda a výsledná směs se zfiltruje za odsávání.

Filtrační koláč se promyje vodou a vysuší ve vakuu. Ve výtěžku 92 % se získá 433 g výsledného produktu.

P ř í k l a d 4

Způsob výroby N-methyl-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamidů

146,1 g /4,70 molu/ methylaminu s obsahem 365,4 g roztoku methylaminu o koncentraci 40 % se vloží do skleněné reakční baňky o objemu 3 litry se třemi hrdly, opatřené nálevkou, míchadlem, teploměrem a zpětným chladičem a obsahující 1 200 ml etheru, zchlazeného na teplotu 4 °C.

Pak se po kapkách za stálého míchání přidá 375 g /1,56 molu/ chloridu kyseliny 2-methoxy-3,6-dichlorbenzoové v 50 ml etheru, přičemž teplota se udržuje pod hodnotou 8 °C. Po skončení přidávání se reakční směs míchá ještě 2 hodiny při teplotě 2 až 5 °C.

Nerozpustná bílá pevná látka se odfiltruje za odsávání, promyje se vodou, přenese se do kádinky o objemu 3 litry a míchá se 15 minut se 2 litry uhličitanu sodného o koncentraci 10 %. Nerozpustný pevný podíl se oddělí filtrací za odsávání, promyje se vodou a usuší. Získá se 352 g produktu o teplotě tání 172,5 až 175 °C.

Při provádění způsobu podle vynálezu se cukrová řepa ošetří v poměrně pozdním stádiu vývoje účinným množstvím svrchu uvedené účinné látky. Toto ošetření se provádí v tom stupni vývoje cukrové řepy, při němž dochází ke tvorbě cukru.

To znamená, že za normálních růstových podmínek a při běžné kultivaci řepy se uvedené sloučeniny aplikují v průběhu 2 až 10 týdnů před sklizní, s výhodou v období 4 až 7 týdnů před sklizní.

V případě, že se v průběhu kultivace cukrové řepy užívá dusíkatých hnojiv, užijí se tato hnojiva s výhodou před použitím účinných sloučenin podle vynálezu.

Množství účinných látek, kterého je zapotřebí ke zvýšení množství izolovatelného cukru v cukrové řepě se může měnit v závislosti na různých faktorech jako doba aplikace, počasí, hustota rostlin a podobně.

Obvykle se užije alespoň 7 g/ha, s výhodou 35 až 1 400 g/ha. Je možno užít vyššího množství, vzhledem ke zvýšeným nákladům však použití vyššího množství není hospodárné.

Pro praktickou aplikaci v případě cukrové řepy se sloučeniny obvykle včleňují do prostředků, které obsahují inertní nosič a svrchu uvedené účinné množství benzamidů. Tyto prostředky umožňují pohodlné nanášení účinných sloučenin na cukrovou řepu v jakémkoli požadovaném množství.

Může jít o kapalné prostředky, například roztoky, aerosoly nebo emulgovatelné koncentráty nebo může jít o pevné látky jako poprašky, granule nebo smáčitelné prášky.

Výhodným prostředkem je kapalný prostředek, zvláště emulgovatelný koncentrát. Emulgovatelné koncentráty obsahují svrchu uvedenou účinnou látku a inertní nosič, tj. rozpouštědlo a emulgační činidlo. Emulgovatelné koncentráty účinné látky se užívají jako postřiky.

Z emulgačních činidel, nejčastěji užívaných v těchto koncentrátech je možno užít ne-iontové emulgátory nebo směsi neiontových a aniontových smáčedel. Při použití některých emulgátorů je možno připravit i emulze typu voda v oleji.

Pokud jde o pevné prostředky, například poprašky, je možno je získat mletím a smísením účinné sloučeniny s pevným inertním nosičem jako je mastek, hlínky, různé druhy kysličníku křemičitého, pyrofylyt a podobně.

Granulované prostředky je možno získat tak, že se účinná látka obvykle v roztoku ve vhodném rozpouštědle užije k impregnaci granulovaného nosiče, například atapulgitu nebo vermikulitu, obvykle při použití částic o velikosti 0,3 až 1,5 mm.

Smáčivé prášky, které je možno dispergovat ve vodě nebo v oleji na jakoukoliv požadovanou koncentraci účinné látky, je možno získat včleněním smáčedel do koncentrovaných poprašků.

V následujících příkladech budou popsány typické prostředky pro uvedené použití. Všechna uvedená množství jsou hmotnostní díly.

P ř í k l a d 5

Způsob výroby emulgovatelného koncentrátu

Následující složky se důkladně promísí tak, že vznikne homogenní kapalný koncentrát. Tento koncentrát se smísí s vodou na vodnou disperzi, která obsahuje požadovanou koncentraci účinné složky a je vhodná pro použití jako postřik.

Složka	hmotnostní díly
N-methyl-2-methoxy-3,6-	
-dichlorbenzamid	25
laurylsíran sodný	2
ligninsulfát sodný	3
kerosen	70

P ř í k l a d 6

Způsob výroby smáčitelného prášku

Následující složky se důkladně promísí v běžném míšicím zařízení a pak se melou na prášek, jehož průměrná velikost částic je menší než 50 μm . Takto získaný prášek se disperguje ve vodě na požadovanou koncentraci uvedené účinné látky.

Složka	hmotnostní díly
N,N-dimethyl-2-methoxy-	
-3,6-dichlorbenzamid	50
Fullerova hlínka	47
laurylsíran sodný	2,5
methylcelulóza	0,5

P ř í k l a d 7

Způsob výroby popraše

Následující složky se důkladně promísí a pak se melou na průměrnou velikost částic nižší než 50 μm , čímž se získá práškovitý materiál, vhodný k nanášení běžným zařízením pro aplikaci poprašku.

Složka	hmotnostní díly
N-hydroxy-2-methoxy-	
-3,6-dichlorbenzamid	10
práškováný mastek	90

Zvýšení množství izolovatelného cukru v cukrové řepě působením svrchu uvedených sloučenin je možno prokázat na řadě pokusů, které byly prováděny standardním způsobem. Rostlinky cukrové řepy byly postřikovány zředěným emulgovatelným koncentrátem zkoumané látky.

Rostlinky byly povrchově zavlažovány v intervalu dvou týdnů k udržení normálního růstu rostlin. Po sklizni bylo stanoveno množství izolovatelného cukru a toto množství bylo srovnáno s množstvím cukru v kontrolních pokusech.

Výsledky pokusů jsou uvedeny v následujících tabulkách 1 až 4. Tabulky 5, 5A a 5B obsahují výsledky obdobných testů, při nichž však bylo užito různé doby aplikace sloučeniny, vyrobené způsobem podle příkladu 1.

T a b u l k a 1

Produkt z příkladu 1

Aplikované množství /g/ha/	Výnos řepy		Izolovaný cukr	
	/t/ha/	/ % kontroly/	/kg/ha/	/ % kontroly/
140	51	103,0	4 205	103,3
560	55	110,1	4 580	113,5
1 400	65	132,8	4 918	121,6
kontrola	49	-	4 041	-

T a b u l k a 2

Produkt z příkladu 2

Aplikované množství /g/ha/	Výnos řepy		Izolovaný cukr	
	/t/ha/	/ % kontroly/	/kg/ha/	/ % kontroly/
140	48	102,1	4 205	103,3
560	55	114,3	4 580	113,5
1 400	56	117,5	4 918	121,6
kontrola	47	-	4 041	-

T a b u l k a 3

Produkt z příkladu 3

Aplikované množství /g/ha/	Výnos řepy		Izolovaný cukr	
	/t/ha/	/ % kontroly/	/kg/ha/	/ % kontroly/
70	54,5	106,5	5 708	106,9
140	47	94,0	5 038	94,5
280	62,5	126,9	7 132	133,7
560	42,5	86,1	4 824	90,5
1 120	43,5	89,1	5 216	97,8
kontrola	50	-	5 335	-

T a b u l k a 4

Produkt z příkladu 4

Aplikované množství /g/ha/	Výnos řepy		Izolovaný cukr	
	/t/ha/	/ % kontroly/	/kg/ha/	/ % kontroly/
140	49	92,0	89	88,3
560	57	107,0	108	108,3
1 400	51	-	95	95,3
kontrola	54,5	-	100	-

T a b u l k a 5

Produkt z příkladu 1

Aplikované množství /g/ha/	Doba aplikace			
	při výsevu kg řepy	80 % krytí kg řepy	6 týdnů před sklizní kg řepy	3 týdny před sklizní kg řepy
280	90	82	82,5	80,5
560	76	75,5	78	76,5
1 120	75,5	77,5	82,5	79
2 240	79	81	74,5	74,5
kontrola	76,5	81,5	73	75

T a b u l k a 5A

Produkt z příkladu 1

Aplikované množství /g/ha/	Doba aplikace			
	při výsevu izolovatelný cukr /kg/ha/	80 % krytí izolovatelný cukr/kg/ha/	6 týdnů před sklizní izolovatelný cukr /kg/ha/	3 týdny před sklizní izolovatelný cukr /kg/ha/
280	9 759	9 756	9 925	9 382
560	9 031	8 928	9 064	9 434
1 120	8 789	8 749	9 364	9 219
2 240	8 794	9 580	8 819	9 154
kontrola	8 658	9 668	8 259	8 628

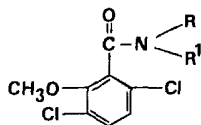
T a b u l k a 5B

Produkt z příkladu 1

Aplikované množství /g/ha/	Doba aplikace			
	při výsevu % cukru	80 % krytí % cukru	6 týdnů před sklizní % cukru	3 týdny před sklizní % cukru
280	16,9	16,9	17,1	16,9
560	16,8	17,0	16,8	17,6
1 120	16,5	16,8	16,6	17,1
2 240	16,4	17,2	16,9	17,4
kontrola	16,5	17,2	16,2	16,7

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob zvýšení izolovatelného množství cukru v cukrové řepě, vyznačující se tím, že se rostliny cukrové řepy uvedou ve styk s účinným množstvím alespoň 0,35 g/ha látky urychlující zrání cukru, obecného vzorce



kde

R znamená atom vodíku, alkyl, alkoxy skupinu nebo hydroxyalkylovou skupinu vždy o 1 až 6 atomech uhlíku a

R¹ znamená hydroxy skupinu, alkyl, alkoxy skupinu, hydroxyalkylovou skupinu vždy o 1 až 6 atomech uhlíku

2 až 10 týdnů před sklizní.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako látka, urychlující zrání cukru, užije N,N-dimethyl-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamid.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako látka, urychlující zrání cukru, užije N,N-(2'-hydroxyethyl)-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamid.

4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako látka, urychlující zrání cukru, užije N-hydroxy-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamid.

5. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako látka, urychlující zrání cukru, užije N-methyl-2-methoxy-3,6-dichlorbenzamid.