

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

63861

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 45 I, 9/20

Zgłoszono: 18.X.1967 (P 123 083)

Pierwszeństwo: 19.X.1966 dla zastrz. 1
Szwajcaria

MKP A 01 n, 9/20

Opublikowano: 30.XI.1971

UKD 632.951.2:547.23

Właściciel patentu: CIBA Société Anonyme, Bazylea (Szwajcaria)

Srodek do zwalczania chwastów w uprawach zbóż, kukurydzy i soi

1

Przedmiotem wynalazku jest środek do zwalczania chwastów w uprawach zbóż kukurydzy i soi.

Z opisu patentowego NRF nr 1110465 znane są pochodne mocznika, odpowiednie do zwalczania chwastów w uprawach roślin. Stwierdzono obecnie, że do zwalczania chwastów nadaje się środek zawierający jako substancję czynną N-(4-bromo-3-chlorofenilo)-N'-metylo-N'-metoksymocznik o wzorze 1.

W porównaniu z pochodnymi mocznika znanymi z wyżej wymienionego opisu patentowego, związek o wzorze 1 wykazuje tę zaletę, że absolutnie nie działa szkodliwie na wzrost roślin użytkowych, a nawet powoduje znaczne podwyższenie plonu, charakteryzując się przy tym znikomą toksycznością dla zwierząt, gdyż LD₅₀ „per os” dla szczura wynosi 2500 mg/kg, zaś LD₅₀ dla królika, określona przy wchłanianiu przez skórę jest większa niż 10 g/kg.

Substancje czynne stanowiące związki o wzorze 1, oraz o wzorze 2 można stosować do zwalczania chwastów w uprawach zbóż. Stwierdzono również, że mieszanina N-(4-bromo-3-chlorofenilo)-N'-metylo-N'-metoksymocznika o wzorze 1 z N-(trójfluorometylofenilo)-N', N'-dwumetylomocznikiem o wzorze 2 znanym z opisu patentowego NRF nr 1206201, wykazuje w tych uprawach działanie synergetyczne, podczas gdy substancja czynna stanowiąca związek o wzorze 1 działa głównie na chwasty szerokolistne, zaś substancja czynna stanowiąca związek o wzorze 2 niszczy zwłaszcza chwasty trawiaste.

Substancję czynną stanowiącą związek o wzorze 1, to

2

jest N-(4-bromo-3-chlorofenilo)-N'-metylo-N'-metoksymocznik można wytworzyć przez bromowanie 3-chlorofenilo-N'-metylo-N'-metoksymocznika, na przykład w lodowatym kwasie octowym jako rozpuszczalniku.

5 Otrzymany związek po krystalizacji z acetonitrylu wykazuje temperaturę topnienia 94,5—95,5°C, przy czym jest on rozpuszczalny w wodzie w ilości około 50 ppm, w temperaturze 20°C.

Substancję czynną środka według wynalazku można 10 stosować ewentualnie razem z odpowiednimi nośnikami i/lub innymi substancjami dodatkowymi.

Jako odpowiednie nośniki lub substancje dodatkowe stosuje się substancje stałe lub ciekłe, ogólnie używane do wytwarzania preparatów chwastobójczych, jak na 15 przykład naturalne lub regenerowane substancje mineralne, rozpuszczalniki, rozcieńczalniki, dyspergatory, emulgatory, związki zwiększające przyczepność, środki zagęszczające, wiążące, nawozy, oraz inne znane środki do zwalczania szkodników zwłaszcza owadów, nicieni, 20 roztoczy, grzybów i inne selektywne środki chwastobójcze zwłaszcza pochodne mocznika, nasyconych lub nienasyconych chlorowców kwasów tłuszczowych, chlorowcobenzoneitryle, kwas chlorowcobenzoesowy, kwas fenoksyalkilokarboksylowy, karbaminiany, triazyny, nitroalkilofenole, organiczne pochodne kwasu fosforowego, 25 czwartorzędowe sole aminowe, kwas sulfaminowy, arseniany, arseniny, borany lub chlorany.

Środek według wynalazku stosuje się w różnych postaciach na przykład jako roztwory do rozpylania, które 30 zawierają na przykład frakcje olejów mineralnych o

temperaturach wrzenia wysokich do średnich, zwłaszcza powyżej 100°C, takie jak olej dieslowy, kerozyna, poza tym olej ze smoły węglowej lub oleje pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego, jak też węglowodory, takie jak alkiłowane naftaleny, czterowodoronaftalen, miesza-
nina ksylenów, cykloheksanole, jak też ewentualnie ketony, chlorowane węglowodory, takie jak czterochloroetan, tróchloroetylen lub trój- i czterochlorobenzeny.

Do stosowania w postaci uwodnionej nadają się stężone emulsje, pasty i zwilżalne proszki do rozpylania.

Jako środki emulgujące lub dyspergujące stosuje się produkty niejonowe, na przykład produkty kondensacji tlenku etylenu z alifatycznymi alkoholami, aminami lub kwasami, karboksylowymi o długich łańcuchach węglowodorowych o około 10—30 atomach węgla, takie jak produkty kondensacji alkoholu oktaacylowego z 25—30 molami tlenku etylenu lub produktu kondensacji kwasów oleju sojowego z 30 molami tlenku etylenu lub produktu kondensacji technicznej aminy oleilowej z 15 molami tlenku etylenu albo dodecylomerkaptanu z 12 molami tlenku etylenu. Mogą być także stosowane produkty kondensacji tlenku etylenu z hydroaromatycznymi wielopierścieniowymi kwasami karboksylowymi względnie aminami. Spośród odpowiednich do stosowania środków emulgujących anionowo czynnych należy wymienić: sól sodową siarczanu dodecyłowego, sól sodową kwasu dodecylobenzenosulfonowego, sól potasową lub sól trójetanolaminową kwasu oleilowego lub abietynowego lub mieszaniny tych kwasów albo sól sodową kwasowo sulfonofenowych.

Jako odpowiednie kationowo czynne środki dyspergujące stosuje się czwartorzędowe związki amoniowe i fosfoniowe, jak na przykład chlorek cetylopirydyniowy lub chlorek dwuketoetylobenzylododecyloamionowy.

Środek według wynalazku stosowany w postaci pylistej lub dającej się rozpylać może zawierać jako stałe nośniki talk, kaolin, bentonit, piasek, węglan wapna, fosforan wapnia, jak również węgiel, mączkę korkową, mączkę drzewną i inne substancje pochodzenia roślinnego. Preparaty polepszają rozdzielanie, przyczepność lub możliwość przenikania, a więc takie substancje jak kwasy tłuszczowe, żywice, klej, kazeina lub alginiany.

W poniższych przykładach w których części oznaczają części wagowe zilustrowano sposób wytworzenia środka według wynalazku oraz badania jego działania.

Przykład I. Środek do opylania. Mieszaninę złożoną z 1 części związku o wzorze 1 oraz 1 części strąconego kwasu krzemowego miele się do uzyskania subtelnego proszku, po czym miesza z kaolinem lub talkiem do wytworzenia proszku zawierającego 1—6% substancji aktywnej.

Przykład II. Postępuje się według sposobu opisanego w przykładzie I, ale z tą różnicą, że zamiast 1 części związku o wzorze 1 stosuje się 0,5 części związku o wzorze 1, i 0,5 części związku o wzorze 2.

Przykład III. Proszek do spryskiwania. Miesza się i miele 50 części związku o wzorze 1, 20 części kwasu krzemowego o wysokiej zdolności adsorbcyjnej, 20 części kaolinu (Bolis alba), 1,5 części soli sodowej kwasu 1-benzeno-2-stearylobenzoimidazolo- 6,3'-dwusulfonowego i 3,5 części związku stanowiącego produkt kondensacji tlenku etylenu z p-III-rzęd. oktylofenolem.

Przykład IV. Postępuje się według sposobu opisanego w przykładzie III ale z tą różnicą, że zamiast

50 części związku o wzorze I, stosuje się 25 części związku o wzorze 1 i 25 części związku o wzorze 2.

Przykład V. Koncentrat emulsji. Miesza się 20 części związku o wzorze 1, z 70 częściami ksylenu i 10 częściami związku, stanowiącego produkt reakcji alkilofenolu z tlenkiem etylenu i solą wapniową dodecylobenzenosulfonianu i otrzymany koncentrat rozcieńcza się wodą do wytworzenia emulsji.

Przykład VI. Koncentrat emulsji. Postępuje się według sposobu opisanego w przykładzie V, ale z tą różnicą że stosuje się 10 części związku o wzorze 1 i 10 części związku o wzorze 2.

Przykład VII. Granulat. 7,5 g związku o wzorze 1 rozpuszcza się w 100 ml acetonu i do roztworu dodaje się 92 g zgranulowanego atapulgitu, dokładnie miesza, po czym odparowuje rozpuszczalnik w wyparce rotacyjnej. Otrzymuje się granulację zawierającą 7,5% substancji aktywnej.

Przykład VIII. Postępuje się według sposobu opisanego w przykładzie VII, ale z tą różnicą, że stosuje się mieszaninę związku o wzorze 1 g i związku o wzorze 2, w ilościach podanych w tablicy VII.

W następujących doświadczeniach środek według wynalazku stosowano zawsze w postaci proszku do spryskiwania, w którym zawartość substancji aktywnej wynosiła 50%.

Przykład IX. a) Traktowanie jarej pszenicy po wzejściu. Na polu pokrytym pszenicą w stadium wzrostu dwu do trzech liści, na którym chwasty znajdowały się częściowo w stadium związków liści a częściowo w stadium trzech liści, rozproszono wodną dyspersję, zawierającą jako substancję czynną związek o wzorze 1. Stosowano każdorazowo 600 l wody na hektar, przy czym ilość użytej substancji aktywnej wynosiła 0,5, 0,75, 1,0 i 1,25 kg/ha.

Tablica I ilustruje uzyskane wyniki według skali wartościowania w zakresie liczb 1—9, przy czym liczba 1 oznacza całkowicie zdrową kulturę zaś liczba 9 oznacza brak efektu oddziaływania środka lub też całkowicie zniszczone zbiory.

Tablica I

Traktowanie	Ilość w kg/ha	Kontrola chwastów po tygodniach		Stan zdrowotny uprawy po tygodniach	
		2	6,5	2	6,5
związek 1	0,5	4	4	2	1
związek 1	0,75	3	4	2	1
związek 1	1,0	2	3	2	2
związek 1	1,25	2	2	3	2
kontrola		33%	66%	1	1
		pokrycia chwastami			

Na traktowanym środkiem chwastobójczym polu pszenicy znajdowały się chwasty: *sinapis arvensis*, *vicia sp.*, *matricaria sp.*, *alopecurus myosuroides*, *polygnum con-*
trólus i *P. hyröpi*.

b) Traktowanie pszenicy ozimej po wzejściu.

Pole obsiane późną jesienią pszenicą ozimą, potraktowano na wiosnę 3 razy.

- A) podczas wiosennego wypuszczania pędów
 B) 2 tygodnie po pierwszym traktowaniu
 C) w stadium kolankowania źdźbeł, czyli 2 tygodnie po drugim traktowaniu.

Głównymi chwastami znajdującymi się w pszenicy były *matricaria*, *alopecurus myosuroides*, *apera spica venti*.

Wyniki ilustruje tablica II.

Tablica II

Środek chwastobójczy	Ilość kg/ha	Okres traktowania	Kontrola chwastów po tygodniu	Stan zdrowotny uprawy
A. związek 1	0,25	połowa kwietnia	6	1
związek 1	0,5		5	1
związek 1	1		4	2
związek 1	2		2,5	1,5
próba			50% porośnięcia	1
kontrolna				
B. związek 1	0,25	koniec kwietnia	6	1
związek 1	0,25		5	1
związek 1	1,0		4	2,5
związek 1	2,0		3	3
próba			60% porośnięcia	1
kontrolna				
C. związek 1	0,25	połowa maja	7	1
związek 1	0,5		5	1,5
związek 1	1,0		6	3
związek 1	2,0		4,5	4
próba			60% porośnięcia	
kontrolna				

c) Badanie wpływu na plon

1. Traktowanie jęczmienia ozimego po wzejściu.

Wyniki w postaci uzyskanych plonów ilustruje tablica III.

Tablica III

Środek chwastobójczy	Ilość stosowanego środka kg/ha	Plon kg/ha
związek o wzorze 1	1,0	3,338
związek o wzorze 1	1,25	3,213
związek o wzorze 1	0,75	3,100
związek o wzorze 1	0,5	2,737
próba kontrolna	—	2,469

Z tablicy tej wynika, że traktowanie większą ilością niż 0,5 Kg/ha może znacznie polepszyć plon jęczmienia ozimego.

2. Traktowanie po wzejściu pszenicy wysianej wiosną. Pszenicę jarą wysiano w marcu a w ciągu kwietnia i maja traktowano środkiem zawierającym jako substancję czynną związek o wzorze 1. Głównymi chwastami znajdującymi się w pszenicy były: *sinapis arvensis*, *matricaria* sp., i *stellaria media*. Zboże traktowano w stadium 2—3 liści, w środku rozkrzewiania i na końcu rozkrzewiania. Z każdej z 4 działek o powierzchni 15 m² zebrano plony i wyliczono średnią zbiorów.

Wyniki podane są w tablicy IV.

Tablica IV

Związek chwastobójczy	Ilość substancji kg/ha	Ilość plonu w kg/ha przy		
		traktowaniu w stadium 2-3 liści	traktowaniu w środku rozkrzewiania	traktowaniu na końcu rozkrzewiania
Związek o wzorze 1	0,75	3,616	3,333	2,750
„ „	1,25	3,566	3,024	2,675
„ „	0,5	3,542	3,324	2,900
„ „	1,0	3,541	3,158	2,875
Kontrola		2,333	2,107	2,000

Przykład X. Selektywne zwalczanie chwastów w kukurydzy. Dotychczas najważniejsze środki chwastobójcze dla upraw kukurydzy nie działały praktycznie na ważniejsze chwasty trawiaste takie jak *digitaria*, *setaria* i *panicum*.

Środek zawierający jako substancję czynną związek o wzorze 1, w ilości odpowiadającej 2 kg substancji czynnej na hektar, rozpylono natychmiast po wysiewie kukurydzy na glebę jeszcze pozbawioną chwastów. Po ośmiu tygodniach po tym traktowaniu stwierdzono wyniki podane w tablicy V.

Tablica V

Chwasty	Traktowanie związkiem o wzorze 1 2 kg/ha	Próba kontrolna nietraktowana
<i>Digitaria</i>	1	9
<i>Panicum</i>	1	9
<i>Setaria</i>	1	9
<i>Chenopodium</i>	1	9
<i>Sinapis</i>	1	9
<i>Polygonum</i>	1	9

Objaśnienie: liczba 1 oznacza całkowite wyniszczenie chwastów, liczba 9 oznacza brak oddziaływania na chwasty.

Kukurydza rozwijała się zupełnie normalnie podczas gdy związek o wzorze 1 całkowicie wyniszczył ważniejsze chwasty trawiaste.

Przykład XI. Selektywne zwalczanie chwastów na uprawie soi.

Pole soi następnego dnia po wysianiu traktowano środkiem zawierającym 1,5 względnie 2 kg substancji czynnej o wzorze 1 na hektar. Po 3 tygodniach gdy soja utworzyła pierwszy prawdziwy liść otrzymano wyniki przedstawione w tablicy VI.

7
Tablica VI

Roślina	Pole traktowane substancją czynną o wzorze 1 w ilości		Pole kontrolne nie traktowane
	1,5 kg/ha	2,0 kg/ha	
Amaranthus	2	1	9
Stellaria	1	1	9
Portulaca	2	1	9
Calinsoga	3	1	9
Urtica	2	1	9

1 oznacza całkowite zniszczenie chwastów
9 oznacza brak oddziaływania na chwasty.

Tablica VII

Związek chwastobójczy	Chwasty			
	trawiaste		szerokolistne	
	Doświadczenie 1	Doświadczenie 2	Doświadczenie 1	Doświadczenie 2
o wzorze 2				
0,5 kg	6	5	9	9
0,75 kg	5	5	8	7
1,00 kg	4	4	8	7
o wzorze 1				
0,5 kg	8	8	5	5
0,75 kg	7	8	4	3
1,00 kg	6	6	3	3
o wzorze 1 + o wzorze 2				
0,25 kg + 0,5 kg	4	3	2	—
0,5 kg + 0,5 kg	3	2	2	—

Objaśnienie: 1 oznacza całkowite wyniszczenie chwastów, 2 oznacza brak oddziaływania środka.

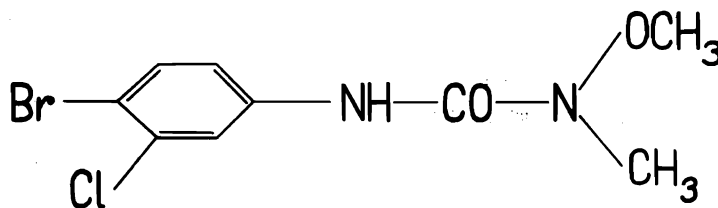
Przykład XII. W cieplarni przeprowadzono badania wpływu związku o wzorze 1 oraz o wzorze 2 stosowanych oddzielnie lub łącznie na chwasty trawiaste takie jak: Digitaria, Sorghum, Panicum, Poa Alopecurus, oraz szerokolistne takie jak Beta, Calendula, Chrysanthemum, Brassica i Ipomoea. Ilości stosowanych związków oraz uzyskane wyniki przedstawiono w tablicy VII. Z tablicy tej widoczne jest synergetyczne działanie mieszaniny związku o wzorze 1 ze związkiem o wzorze 2, 5 10 15 20 25 30 35

Zastrzeżenia patentowe

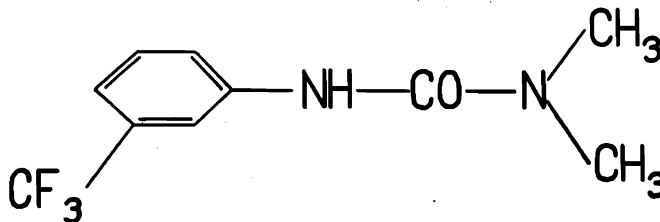
1. Środek do zwalczania chwastów w uprawach zbóż, kukurydzy i soi, oparty na chlorowcofenylo-N'-metylo-N'-metoksymoczniku, 20 znamienny tym, że jako substancję czynną — zawiera N-(4-bromo-3-chlorofenylo)-N'-metylo-N'-metoksymocznik o wzorze 1 oraz znane odpowiednie nośniki i/lub inne dodatki takie jak rozpuszczalniki, 25 rozcieńczalniki, dyspergatory, emulgatory, związki zwiększające przyczepność, środki zagęszczające, wiążące, nawozy, oraz inne znane środki do zwalczania szkodników, zwłaszcza owadów nicieni, roztoczy, grzybów i inne selektywne środki chwastobójcze.

2. Środek według zastrz. 1, znamienny tym, że jako substancję czynną zawiera mieszaninę N-(4-bromo-3-chlorofenylo)-N'-metylo-N'-metoksymocznika o wzorze 1 z N-(3-trójtfluorometylofenylo)-N', N'-dwumetylomocznikiem o wzorze 2. 30 35

3. Środek według zastrz. 1—2 znamienny tym, że zawiera mieszaninę związku o wzorze 1 i o wzorze 2 w stosunku wagowym 0,5 : 1 — 1 : 1.



Wzór 1



Wzór 2