

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58186

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 45 1, 19/02

Zgłoszono: 3.II.1966 (P 112 781)

Pierwszeństwo: 5.II.1965 Niemiecka
Republika
Federalna

MKP A 01 n

9/22

Opublikowano: 10.II.1970

UKD

Współtwórcy wynalazku: dr Franz Reicheneder, dr Karl Dury, dr Adolf
FischerWłaściciel patentu: Badische Anilin-und Soda-Fabrik Aktiengesell-
schaft, Ludwigshafen (Niemiecka Republika Fede-
ralna)

Środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy, który jako substancję czynną zawiera pochodną pirydazonu. Znane jest z opisu patentowego NRF nr 1.107.998 stosowanie 1-fenyl-4-(alfa-hydroksy-beta, beta, beta-trójchloroetyloamino)-5-chlorowcopirydazonu-6, jako substancji czynnej o działaniu chwastobójczym.

Stwierdzono, że pochodne pirydazonu o wzorze ogólnym podanym na rysunku, w którym R oznacza rodnik cykloalifatyczny o 6—8 atomach węgla odznaczają się dobrym działaniem chwastobójczym. Działanie to jest zarówno selektywne, jak również całkowite, zarówno przy zastosowaniu przed wschodami roślin jak i po wschodach roślin. Substancja czynna środka według wynalazku nadaje się do niszczenia chwastów rosnących pomiędzy roślinami pożytecznymi i do całkowitego niszczenia roślin np. rosnących na obrzeżach ulic lub obszarach nieuprawnych.

Jako przykład substancji czynnej środka według wynalazku wymienić można 1-cykloheksylo-4-(alfa-hydroksy-beta, beta, beta-trójchloroetyloamino)-5-bromopirydazon-6, o temperaturze topnienia 215°—220°C.

Środek według wynalazku można stosować w postaci roztworu, emulsji, zawiesiny lub środka do opylania, zapewniając w każdym przypadku staranne rozdrobnienie substancji czynnej.

Przy zastosowaniu środka jako herbicydu do całkowitego niszczenia roślin, przez przedwczesne wy-

2

suszenie jak i przez ogołocenie z liści można zwiększyć jego działanie herbicydowe przez zastosowanie fitotoksycznych* nośników takich, jako wysoko wrzące frakcje olejów mineralnych lub chlorowęglowodory.

Natomiast przy selektywnym zwalczaniu chwastów np. w uprawach cebuli lub zboża selektywność działania hamującego wzrost roślin łatwiej osiągnąć przy zastosowaniu nośników obojętnych względem roślin.

Do wytwarzania roztworów środka według wynalazku nadających się do bezpośredniego opryskiwania stosuje się frakcje olejów mineralnych o temperaturze wrzenia średniej do wysokiej, jak na przykład nafta świetlna lub olej do silników wysokoprężnych, oleje uzyskane z destylacji smoły węgla kamiennego, jak również oleje pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego, ponadto cykliczne węglowodory, na przykład czterohydronaftalen lub alkilowy naftalen, do których dodaje się substancję czynną ewentualnie przy zastosowaniu środków, ułatwiających rozpuszczanie, jak na przykład ksylene. Roztwory, do których użyto nisko wrzących rozpuszczalników, jak alkohole, na przykład etanol, izopropanol lub metylocykloheksanol, ketony jak na przykład aceton lub cykloheksanon, etery jak na przykład czterohydrofuran lub dioksan, węglowodory jak na przykład benzen, toluen, ksylene, chlorowane węglowodory jak na przykład chloroform, czterochlorek węgla, czterochloroetan, chlo-

rek etylenu lub trójchloroetylen, mniej nadają się dla bezpośredniego zastosowania, natomiast stosowane są w połączeniu z odpowiednimi środkami emulgującymi w celu wytworzenia koncentratów dla przygotowania emulsji wodnych.

Zawierające wodę formy użytkowe środka można sporządzać z koncentratów emulsji, z past lub z dających się zwilżać proszków. W tym celu wytwarza się emulsję przez homogenizowanie tych substancji w wodzie za pomocą środków ułatwiających mieszanie lub dyspersję, ewentualnie po rozpuszczeniu ich w jednym z wyżej wymienionych rozpuszczalników. Jako środki emulgujące i dyspergujące można użyć zarówno środki emulgujące kationoaktywne, na przykład czwartorzędowe związki amoniowe, jak również anionoaktywne, na przykład mydło, szare mydło, alifatyczne długołańcuchowe monoestry kwasu siarkowego, alifatyczno-aromatyczne kwasy sulfonowe, kwas liglinosulfonowy, długołańcuchowe alkilooksy pochodne kwasu octowego, jak również niejonowe, na przykład etery poliglikolowe alkoholi tłuszczowych i produkty kondensacji tlenu polietylenu.

Można również wytwarzać koncentraty, składające się z substancji czynnej, ze środka emulgującego lub dyspergującego i ewentualnie z rozpuszczalnika — nadające się do rozcieńczania wodą. Związki, które wykazują wystarczającą zasadowość można stosować w roztworze wodnym po utworzeniu z nich soli z kwasami.

Środki do opylania można wytwarzać drogą mieszania lub wspólnego przemianu substancji czynnej ze stałym nośnikiem. Jako stałe nośniki wchodzi w rachubę na przykład talk, ziemia krzemkowa, kaolin, bentonit, węgiel wapnia, kwas borowy, fosforan wapnia jak również mączka drzewna, mączka korkowa, węgiel itp. Granulaty nadające się do rozsiewania można wytwarzać na przykład przez użycie jako nośnika siarczanu amonu. Z drugiej strony można również nośniki napać w roztworami substancji czynnej w płynnych rozpuszczalnikach. Drogą dodawania środków zwilżających i koloidów ochronnych, można uzyskiwać preparaty w postaci proszku lub pasty, z których można wytwarzać zawiesiny w wodzie służące jako środki do opryskiwania.

Do powyższych form użytkowych można również dodawać substancje, które polepszają rozdrobnienie, przyczepność, odporność na deszcz i zdolność przenikania, takie jak: kwasy tłuszczowe, żywice, środki zwilżające, środki emulgujące, kleje lub alginiany. Biologiczny zakres działania środka można rozszerzyć dodatkiem substancji o właściwościach bakterio-bójczych, grzybobójczych lub wpływających na wzrost roślin, jak również przez kombinację z nawozami sztucznymi.

Poniższe przykłady wyjaśniają działanie środka według wynalazku.

Przykład I. W cieplarni wysiano do naczyń z tworzywa sztucznego o średnicy 8 cm, napełnio-

nych gliniastą glebą piaszczystą: kukurydzę (*Zea mays*), jęczmień (*Hordeum vulgare*), pszenicę (*Triticum vulgare*), buraki (*Beta vulgaris*), cebulę (*Alium cepa*), groch (*Pisum sativum*), gorczycę (*Sinapis arvensis*), komosę białą (*Chenopodium album*), rumianek (*Matricaria chamomilla*), szczaw (*Rumex sp.*), wiklinę roczną (*Poa annua*), rżniączkę pospolitą (*Dactylis glomerata*) i wyczyniec polny (*Alopecurus myosuroides*), po czym powierzchnię naczyń doświadczalnych spryskano 1-cykloheksylo-4-(alfa - hydroksy - beta, beta, beta - trójchloroetyloamino)-(5-bromopirydazonem-6 i dla porównania 1-fenilo-4-(alfa-hydroksy-beta, beta, beta - trójchloroetyloamino)-5-chloropirydazonem-6 (II) w ilości, odpowiadającej 2 kg substancji czynnej na ha, zawieszanej w wodzie, którą użyto w stosunku 500 l na ha. Po upływie 4 tygodni uzyskano poniżej podane wyniki:

Rośliny	Substancja czynna	
	I	II
kukurydza	0-10	0-10
jęczmień	0-10	0-10
pszenica	10-20	20
buraki	0	0-10
cebula	10	10
groch	0	0
gorczyca	100	90
komosa biała	100	90
rumianek	100	90
szczaw	100	80-90
wiklina roczna	100	80
rżniączka pospolita	100	70-80
wyczyniec polny	80-90	40-50

0 = brak działania szkodliwego, 100 = pełna szkodliwość.

Przykład II. Następujące rośliny: kukurydzę (*Zea mays*), jęczmień (*Hordeum vulgare*), pszenicę (*Triticum vulgare*), cebulę (*Alium cepa*), groch (*Pisum sativum*), gorczycę (*Sinapis arvensis*), komosę białą (*Chenopodium album*), szkarłat szorstki (*Amaranthus retroflexus*), rumianek (*Matricaria chamomilla*), szczaw (*Rumex sp.*), wiklinę roczną (*Poa annua*), rżniączkę pospolitą (*Dactylis glomerata*) i wyczyniec polny (*Alopecurus myosuroides*) spryskano przy wysokości roślin wynoszącej od 5 do 18 cm, 1-cykloheksylo-4-(alfa-hydroksy-beta, beta, beta - trójchloroetyloamino)-5-bromopirydazonem-6 (I) i dla porównania 1-fenilo-4-(alfa-hydroksy-beta, beta, beta - trójchloroetyloamino)-5-chloropirydazonem-6 (II), w ilości, odpowiadającej 2 kg substancji czynnej na ha, zawieszanej w wodzie, którą użyto w stosunku 500 l na ha. Po kilku dniach można było zauważyć, że substancja I znacznie szybciej działa niż substancja II, a po upływie 3 tygodni prawie wszystkie chwasty i chwasty trawiaste obumarły. Wyniki doświadczenia uwi-

Rośliny	Substancja czynna	
	I	II
kukurydza	0	0—10
jęczmień	0—10	10
pszenica	20	20—30
cebula	30	20—30
groch	0	0
gorczyca	100	90
komosa biała	100	90
szarłat szorstki	100	70—90
rumianek	100	90
szczaw	100	70—80
wiklina roczna	100	50—60
rżniączka pospolita	90—100	40
wyczyńiec polny	90—100	50

0 = brak działania szkodliwego, 100 = pełna szkodliwość.

Przykład III. Rolniczą powierzchnię uprawną obsiano dwuliściennymi chwastami na przykład gorczycą (*Sinapis arvensis*), komosą białą (*Chenopodium album*), pokrzywą żegawką (*Utrica urens*), żóltlicą drobnokwiatową (*Galinsoga parviflora*), przytulią lepczyką (*Galium aparine*), rdemsem (*Polygonum sp.*), gwiazdnicą pospolitą (*Stellaria media*), wikliną roczną (*Poa annua*), rżniączką pospolitą (*Dactylis glomerata*) oraz wyczyńcem polnym (*Alopecurus myosuroides*) i spryskano w dniu wysiewu 1-cykloheksylo-4-(alfa-hydroksy-beta,beta,beta - trójchloroetyloamino)-5- bromopirydazonem-6 i dla porównania 2-chloro-4,5-bis(etyloamino)-s-triazyną, w ilości odpowiadającej 5 kg substancji czynnej na ha, zawieszonego w wodzie użytej w stosunku 500 l na ha. Po pewnym czasie można było zauważyć, że związek stanowiący substancję czynną środka według wynalazku zapobiegał od początku kiełkowaniu chwastów, podczas gdy na powierzchni doświadczałnej, na którą działano związkiem kontrolnym, rośliny wschodziły. Po upływie 3—4 tygodni wszystkie chwasty całkowicie obumarły.

Przykład IV. Zachwaszczoną powierzchnię użytkową, porośniętą gorczycą (*Sinapis arvensis*), komosą białą (*Chenopodium album*), pokrzywą żegawką (*Utrica urens*), żóltlicą drobnokwiatową (*Galinsoga parviflora*), przytulią lepczyką (*Galium aparine*), rdemsem (*Polygonum sp.*), gwiazdnicą pospolitą (*Stellaria media*), wikliną roczną (*Poa annua*), rżniączką pospolitą (*Dactylis glomerata*) i wyczyńcem polnym (*Alopecurus myosuroides*), spryskano przy wzroście roślin, wykazującym od 4 do 9 cm, 1-cykloheksylo-4-(alfa-hydroksy-beta,beta,beta - trójchloroetyloamino) - 5-bromopirydazonem-6 i dla porównania 2-chloro-4,6-bis(etyloamino)-s-triazyną, w ilości odpowiadającej 5 kg substancji czynnej na ha, zawieszonej w wodzie użytej w ilości odpowiadającej 500 l na ha. Po kilku dniach można było zauważyć, że chwasty na które działano związkiem stanowiącym substancję czynną środka według wynalazku znacznie silniej były uszkodzone, niż te, na które działano związkiem kontrolnym. Po 3 tygodniowym czasie trwania do-

świadczenia rośliny rosnące na glebie, na którą działano obu związkami całkowicie obumarły.

Przykład V. W cieplarni naczynia z tworzywa sztucznego o średnicy 8 cm napełniono gliniastą glebą piaszczystą, po czym wsiano do nich nasiona: kukurydza (*Zea mais*), jęczmień (*Hordeum vulgare*), pszenica (*Triticum vulgare*), buraki (*Beta vulgaris*), groch (*Pisum sativum*), bawełna (*Gossypium sp.*), kartofle (*Solanum tuberosum*), gorczyca (*Sinapis arvensis*), komosa biała (*Chenopodium album*), rumianek (*Matricaria chamomilla*), gwiazdnica pospolita (*Stellaria media*), wiklina roczna (*Poa annua*), wyczyńiec polny (*Alopecurus myosuroides*). Następnie na tak przygotowaną glebę poddziałano w ilości odpowiadającej 2 kg na ha, 1-cykloakrylo-4-(alfa-hydroksy-beta,beta,beta - trójchloroetyloamino)-5-bromopirydazonem-6 (I) i dla porównania również w ilości odpowiadającej 2 kg na ha, 1-fenilo-4-(alfa-hydroksy-beta,beta,beta - trójchloroetyloamino)-5-chloropirydazonem-6 (II), zawieszonymi w wodzie w ilości odpowiadającej 500 l na ha. Po upływie 4—5 tygodni można było stwierdzić, że związek I wykazywał silniejsze działanie herbicydowe w porównaniu ze związkiem II. Działanie herbicydowe uwidocznione jest w poniższej tablicy.

Rośliny	Substancja czynna	
	I	II
Pożyteczne:		
kukurydza	0	0—10
jęczmień	0—10	0—10
pszenica	10	20
buraki	0—10	0—10
groch	0—10	0
bawełna	0	10—20
kartofle	0	10
Niepożądane:		
gorczyca	100	80—90
komosa biała	90—100	90
rumianek	80—90	80—90
gwiazdnica pospolita	90—100	70—80
wiklina roczna	90—100	80
wyczyńiec polny	80	40—50

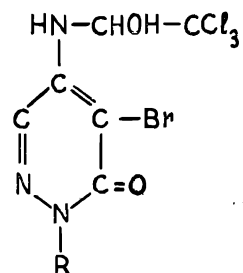
0 = brak działania szkodliwego, 100 = pełna szkodliwość.

Przykład VI. W cieplarni na następujące rośliny: kukurydza (*Zea mays*), jęczmień (*Hordeum vulgare*), pszenica (*Triticum vulgare*), groch (*Pisum sativum*), bawełna (*Gossypium sp.*), gorczyca (*Sinapis arvensis*), komosa biała (*Chenopodium album*), szarłat szorstki (*Amarantus retroflexus*), rumianek (*Matricaria chamomilla*), gwiazdnica pospolita (*Stellaria media*), wiklina roczna (*Poa annua*), wyczyńiec polny (*Alopecurus myosuroides*), działano, przy wzroście roślin wynoszącym od 3 do 15 cm, w ilości odpowiadającej 2 kg na ha, 1-cykloakrylo-4-(alfa-hydroksy - beta,beta,beta - trójchloroetyloamino)-5-bromopirydazonem-6 (I) i dla porównania również w ilości odpowiadającej 2 kg na ha, 1-fenilo-4-(alfa-hydroksy-beta,beta,beta - trójchloroetyloamino)-5-chloropirydazonem-6 (II)

— zawieszonymi w wodzie w ilości odpowiadającej 500 l na ha. Po upływie 3 do 4 tygodni można było stwierdzić, że związek I wykazywał w porównaniu ze związkiem II silniejsze działanie herbicydowe, które uwidocznione jest w poniższej tabelicy.

Rośliny	Substancja czynna	
	I	II
Pożyteczne:		
kukurydza	0	0—10
jęczmień	10	10
pszenica	10	20—30
groch	0	0
bawełna	0	15—20
Niepożądane:		
gorczyca	100	90
komosa biała	90—100	90
szarłat szorstki	90	70—80
rumianek	90—100	90
gwiazdnica pospolita	80	40—50
wiklina roczna	80	50—60
wyczyniec polny	70—80	50

0 = brak działania szkodliwego, 100 = pełna szkodliwość.



Zastrzeżenie patentowe

Środek chwastobójczy **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera pochodne pirydazonu o wzorze podanym na rysunku, w którym **R** oznacza rodnik cykloalifatyczny o 6—8 atomach węgla.