



Patent dodatkowy

do patentu nr \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 15.06.1971 (P. 148808)

Pierwszeństwo: 16.06.1970 Szwajcaria

Zgłoszenie ogłoszono: 15.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1977

MKP A01n 9/20

Int. Cl<sup>2</sup>. A01N 9/20

Twórca wynalazku: \_\_\_\_\_

Uprawniony z patentu: Agripat S.A., Bazylea (Szwajcaria)

### Środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy zawierający jako substancję czynną nowe pochodne furfuryloaminy, zwłaszcza czterowodorofurfuryloaminy.

Nowe pochodne furfuryloaminy odpowiadają wzorowi 1, w którym  $R_1$  oznacza grupę 2-furylową lub czterowodoro-2-furylową, ewentualnie podstawioną w położeniu — 5 niższym rodnikiem alkiłowym,  $R_2$  oznacza niższy rodnik alkiłowy, alkenyloowy, alkinyloowy lub grupę alkoksyalkilową,  $R_3$  oznacza atom chlorowca, niższy rodnik alkiłowy, grupę chlorowcoalkilową, grupę cyjanową, karbamylową, alkilo- lub dwualkilokarbamylową, alkilo-sulfonylową, sulfamylową, alkilo- lub dwualkilo-sulfamylową.

Pod określeniem niższy rodnik alkiłowy we wzorze 1 należy rozumieć prosty lub rozgałęziony rodnik o 1—4 atomach węgla, na przykład rodnik metylowy, etylowy, n-propylowy, izopropylowy, n-butyloowy, izobutyloowy, II-rzęd.-butylowy i III-rzęd.-butylowy. Do korzystnych podstawników alkiłowych grupy furylowej lub czterowodorofurylowej  $R_1$  zalicza się zwłaszcza rodnik metylowy, a do korzystnych podstawników alkiłowych grupy  $R_2$  zalicza się rodnik metylowy i etylowy.

Takie niższe rodniki alkiłowe podstawione niższą grupą alkoksyalkilową o 1—4 atomach węgla tworzą grupę alkoksyalkilową oznaczoną symbolem  $R_2$ . Rodnikiem alkenylowym  $R_2$  może być rodnik alilowy, metallilowy lub propenylowy, a  $R_2$  jako

2

alkinyloowy rodnik może oznaczać zwłaszcza rodnik propinyloowy (propargilowy) lub rodnik propinyloowy podstawiony zwłaszcza rodnikiem metylowym lub etylowym. Rodnik chlorowcoalkilowy  $R_3$  oznacza zwłaszcza rodnik trójfluorometylowy, dwufluorometylowy, chlorodwufluorometylowy i fluoro-dwuchlorometylowy, a także rodnik metylowy podstawiony jednym lub większą liczbą atomów chloru i/lub bromu oraz rodnik metylowy lub n-propylowy podstawiony atomem fluoru, chloru i/lub bromu.

Nowe pochodne furfuryloaminy o wzorze 1 wytwarza się sposobem polegającym na tym, że aminę o wzorze  $R_1 - CH_2 - NHR_2$ , w którym  $R_1$  i  $R_2$  mają wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji w obecności środka wiążącego kwas, z halogenkiem o wzorze 2, w którym  $R_3$  ma wyżej podane znaczenie, a Hal oznacza atom chloru lub bromu.

Reakcję według tego sposobu prowadzi się w obecności obojętnych wobec reagentów rozpuszczalników lub rozcieńczalników, na przykład w obecności alifatycznych i aromatycznych węglowodorów, chlorowcowęglowodorów, takich jak heksan, cykloheksan, benzen, toluen, ksyleny, chloroform, chlorowcoalkanów o 1—3 atomach węgla, chlorobenzenu, a ponadto w obecności alkanoli takich jak metanol, etanol, propanol, eterów i związków o charakterze eterów, takich jak etery dwualkiłowe, dioksan, czterowodorofuran, ketonów,

(N,N-dwualkilowanych amidów), wody oraz w obecności mieszanin wzajemnych tych rozpuszczalników ze sobą lub z wodą. Stosuje się też w powyższym sposobie czynnik wiążący kwas, mianowicie organiczne i nieorganiczne zasady, na przykład molarne nadmiary aminy o wzorze  $R_1-CH_2-NHR_2$  oraz aminy trzeciorzędowe, takie jak trójalkilamina, pirydyna i zasady pirydynowe, jak trójalkilamina, pirydyna i zasady pirydynowe, ponadto wodorotlenki i karbaminiany metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych.

Niektóre ze stosowanych jako substrat amin o wzorze  $R_1-CH_2-NHR_2$  są znane, względnie mogą być wytwarzane znanymi sposobami, mianowicie na drodze uwodorniania lub redukcji zasad Schiffa furfurołu, furfuryloaminy lub czterowodorofurfuryloaminy, na drodze redukcji alkoamidów kwasów furanokarboksylowych-2, przez alkilowanie pierwszorzędowej furfurylo- lub czterowodorofurfuryloaminy, przez reakcję chlorku furfurylu lub chlorku czterowodorofurfurylu z aminami pierwszorzędowymi, bądź też przez poddanie odpowiedniej pochodnej furanowej reakcji Mannicha (porównaj brytyjski opis patentowy nr 1031916, J. Org. Chem, 33, 133 (1968). Nowe związki o wzorze 1, które wytwarza się w omówiony wyżej sposób, są wyszczególnione w niżej podanej tablicy.

Tablica 1

| Nr | Substancje czynne                                                                    | Temperatura topnienia (°C) |
|----|--------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|
| 1  | 2                                                                                    | 3                          |
| 1  | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                      | 61—62°                     |
| 2  | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylofurfuryloamina                     | 82—83°                     |
| 3  | N-(4-cyjano-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                                | 85—86°                     |
| 4  | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylo-5-metyloczterowodorofurfuryloamina | 53—54°                     |
| 5  | N-(4-karbamilo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                             | 98—102°                    |
| 6  | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylofurfuryloamina                  | oleista ciecz              |
| 7  | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propyloczterowodorofurfuryloamina      | 50—52°                     |
| 8  | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylo-5-metylofurfuryloamina             | oleista ciecz              |
| 9  | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylo-5-metylofurfuryloamina         |                            |

ciąg dalszy tablicy 1

|    |    |                                                                                         |               |
|----|----|-----------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 5  | 10 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                          | 133—134°      |
|    | 11 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylo-5-metylofurfuryloamina                 | oleista ciecz |
| 10 | 12 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylofurfuryloamina                      |               |
|    | 13 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propyloczterowodorofurfuryloamina          | 117—118°      |
| 15 | 14 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-butyloczterowodorofurfuryloamina          | 58—59°        |
|    | 15 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metoksyetylofurfuryloamina                  | oleista ciecz |
| 20 | 16 | N-(4-metylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                                   |               |
|    | 17 | N-(4-metylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylo-5-metylofurfuryloamina                          | oleista ciecz |
| 25 | 18 | N-(4-III-rzęd.butylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                          |               |
|    | 19 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-allilofurfuryloamina                        |               |
| 30 | 20 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-allilofurfuryloamina                         |               |
|    | 21 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-propargiloczterowodorofurfuryloamina        |               |
| 35 | 22 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-propargilofurfuryloamina                    |               |
|    | 23 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylo-5-metyloczterowodorofurfuryloamina     | 78—79°        |
| 40 | 24 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylo-5-metylofurfuryloamina                |               |
|    | 25 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylo-5-metyloczterowodorofurfuryloamina    |               |
| 45 | 26 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylo-5-metylofurfuryloamina             |               |
|    | 27 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylo-5-metyloczterowodorofurfuryloamina |               |
| 50 |    |                                                                                         |               |
| 55 |    |                                                                                         |               |
| 60 |    |                                                                                         |               |
| 65 |    |                                                                                         |               |

ciąg dalszy tablicy 1

|    |                                                                                  |               |
|----|----------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 28 | N-(4-dwufluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylofurfuryloamina                  | 73—74°        |
| 29 | N-(4-dwufluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                   | 53—54°        |
| 30 | N-(4-dwuetylosulfametylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina               |               |
| 31 | N-(4-chloro-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                            | 43—44°        |
| 32 | N-(4-bromo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                             |               |
| 33 | N-(4-chloro-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina                | 47—48°        |
| 34 | N-(4-bromo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina                 |               |
| 35 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metyloczterowodorofurfuryloamina     | 59—60°        |
| 36 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylofurfuryloamina                  |               |
| 37 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metyloczterowodorofurfuryloamina      | 120—121°      |
| 38 | N-(4-metylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylofurfuryloamina                           |               |
| 39 | N-(4-metylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metyloczterowodorofurfuryloamina               | oleista ciecz |
| 40 | N-(4-chloro-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylofurfuryloamina                           |               |
| 41 | N-(4-bromo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylofurfuryloamina                            |               |
| 42 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylofurfuryloamina                 |               |
| 43 | N-(4-metylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina                | oleista ciecz |
| 44 | N-(4-metylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylofurfuryloamina                        |               |
| 45 | N-(4-metylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propyloczterowodorofurfuryloamina            |               |
| 46 | N-(4-dwufluorochlorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina |               |

|    |                                                                                       |               |
|----|---------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 47 | N-(4-fluorodwuchlorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina      |               |
| 48 | N-(4-dwufluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylo-5-metyloczterowodorofurfuryloamina   |               |
| 49 | N-(4-dwufluorochlorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                  |               |
| 50 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-β-metoksyetyloczterowodorofurfuryloamina  |               |
| 51 | N-(4-chloro-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylofurfuryloamina                             | 47—48°        |
| 52 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylo-5-metyloczterowodorofurfuryloamina |               |
| 53 | N-(4-trójfluoro-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-propylo-5-metyloczterowodorofurfuryloamina    |               |
| 54 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-izopropylofurfuryloamina                  | 41—42°        |
| 55 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-n-butylofurfuryloamina                    | oleista ciecz |
| 56 | N-(4-jodo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina                       | 64°           |
| 57 | N-(4-dwufluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina            | 58—60°        |
| 58 | N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina           | 61—62°        |
| 59 | N-(4-metylosulfonylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina            | 108—109°      |

Nowe pochodne furfuryloaminy o ogólnym wzorze 1 wykazują doskonałe działanie chwastobójcze i nadają się do zwalczania chwastów trawiastych w różnych uprawach roślinnych, a zwłaszcza na plantacjach soi i bawełny. Nowe substancje czynne mogą być stosowane zarówno przed wzejściem (przedwzchodowo) jak i po wzejściu (powschodowo) roślin uprawnych, nie powodując ich uszkodzenia. Substancje czynne nadają się zwłaszcza do zwalczania gatunków prosoatych (*Panicum* spp., *Setaria* spp., *Echinochloa* spp., *Digitaria* spp.), innych traw, takich jak *Lolium* spp., *Poa* spp., *Alopecurus* spp., *Bromus* spp., w dawkach 0,1—8 kg/ha. Dwuliścieniowe rośliny ulegają uszkodzeniom dopiero pod wpływem większych dawek.

Z literatury znane są 2,6-dwunitro-N,N-dwualkiloaniliny jako substancje chwastobójcze (porównaj wyłożeniowy opis patentowy Niemieckiej Republiki Federalnej nr 1300727). Z opisanych tam związków na przykład 4-trójfluorometylo-2,6-dwunitro-dwu-n-propylo-anilina wykazuje podobnie dobre działania chwastobójcze, jak pochodne furfuryloaminy o wzorze 1, lecz w dawkach powyżej 1 kg/ha oddziałuje ona mniej selektywnie na rośliny uprawne.

W celu wytworzenia środków chwastobójczych miesza się substancje czynne z odpowiednimi substancjami nośnikowymi i/lub dyspergatorami. Dla poszerzenia zakresu działania można do tych środków dodawać jeszcze inne środki i substancje chwastobójcze, na przykład należące do szeregu trójazyn, takie jak chlorowco-dwuamino-s-triazyny, alkoksy- i alkilotio-dwuamino-s-triazyny, triazole, dwuazyny takie jak uracyle, ponadto alifatyczne kwasy karboksylowe i chlorowcokarboksylowe, chlorowcowane kwasy benzoowe i fenylooctowe, kwasy aryloksyalkanokarboksylowe, hydrazydy, nityle, estry takich kwasów karboksylowych, estry kwasu karbaminowego i tiokarbaminowego, mocznik itd.

Środki chwastobójcze według wynalazku wytwarza się znanymi sposobami przez dokładne zmieszanie i zmielenie substancji czynnych o ogólnym wzorze 1 z odpowiednimi substancjami nośnikowymi, ewentualnie z dodatkiem dyspergatorów lub rozpuszczalników obojętnych w odniesieniu do substancji czynnych. Substancje czynne mogą być stosowane w postaci środków stałych jako środki do opylania, środki do rozsiewania, granulaty, granulaty powlekane, granulaty impregnowane i granulaty jednorodne, w postaci koncentratów substancji czynnej nadających się do sporządzenia dyspersji wodnych, jako proszki zwilżalne (wetttable powder), pasty, emulsje oraz w postaci cieczy, jako roztwory.

W celu wytworzenia stałych środków według wynalazku (środki do opylania, środki do rozsiewania, granulaty) miesza się substancje czynne o wzorze 1 ze stałymi nośnikami. Jako nośniki stosuje się na przykład kaolin, talk, bolus, less, krede, wapień, gruboziarnisty piasek wapienny, glinę Ataclay, dolomit, ziemię okrzemkową, strącony kwas krzemowy, krzemiany metali ziem alkalicznych, glino-krzemiany sodu i potasu (skalenie i lyszczyki), siarczany, wapnia i magnezu, tlenek magnezu, zmielone tworzywa sztuczne, środki nawozowe, takie jak siarczan amonu, fosforan amonu, azotan amonu, mocznik, zmielone produkty roślinne takie jak mąka zbożowa, mąka z kory krzewnej, mąka drzewna, mączka z łupin orzechów, proszek celulozowy oraz pozostałości po ekstrakcji roślin, węgiel aktywny itd. Stosować można poszczególne substancje nośnikowe, jak też ich mieszaniny.

Wielkość ziarna nośnika w środkach do opylania wynosi korzystnie około 0,1 mm, w środkach rozsiewania wynosi 0,075–0,2 mm, a w granulatach wynosi co najmniej 0,2 mm.

Stężenie substancji czynnych w stałych środkach według wynalazku wynosi 0,5–80%.

Do mieszanin tych można ponadto dodawać środ-

ki stabilizujące substancję czynną i/lub niejonowe, anionoczynne i kationoczynne substancje, na przykład zwiększające przyczepność substancji czynnych o wzorze 1 do roślin i części roślinnych (środki adhezyjne i klejące) i/lub zapewniające lepszą zwilżalność (środki zwilżające) oraz ułatwiające wytwarzanie dyspersji (dyspergatory). Spośród środków klejących stosuje się na przykład mieszaninę oleiny z wapnem, pochodne celulozy, takie jak metyloceluloza, karboksymetyloceluloza, hydroksy-etry glikolu etylenowego i mono- i dwualkilofenoli o 5–15 grupach etylenoksyłowych w cząsteczce i o 8–9 atomach węgla w rodniku alkilowym, kwasy ligninosulfonowe oraz ich sole metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych, etery poliglikolu etylenowego (Carbowaxe), etery alkoholi tłuszczowych z poliglikolami o 5–20 grupach etylenoksyłowych w cząsteczce i 8–18 atomach węgla w części alkoholowej, produkty kondensacji tlenku etylenu, tlenku propylenu, poliwinylpirolidony, polialkohole, winylowe, produkty kondensacji mocznika z formaldehydem, oraz produkty lateksowe.

Nadające się do dyspergowania w wodzie koncentraty substancji czynnych, to znaczy proszki zwilżalne (wetttable powder), pasy i koncentraty emulsyjne są środkami, które można rozcieńczać wodą do dowolnego stężenia. Zawierają one substancje czynne, nośnik, substancje czynne powierzchniowo i substancje przeciwspieniające oraz ewentualnie dodatki stabilizujące substancję czynną i ewentualnie rozpuszczalniki. Stężenie substancji czynnej w tych środkach wynosi 5–80%.

Proszki zwilżalne oraz pasty otrzymuje się drogą mieszania substancji czynnych o ogólnym wzorze 1 z dyspergatorami i sproszkowanymi nośnikami w przystosowanych do tego celu urządzeniach, aż do uzyskania jednorodnego produktu i zmielenia. Jako substancje nośnikowe można stosować substancje wymienione poprzednio jako nadające się do wytwarzania stałych środków chwastobójczych. W niektórych przypadkach korzystnie stosuje się mieszaniny różnych substancji nośnikowych. Jako dyspergatory można stosować na przykład produkty kondensacji sulfonowanego naftalenu i sulfonowanych pochodnych naftalenu z formaldehydem, produkty kondensacji naftalenu, względnie kwasów naftalenosulfonowych z fenolem i formaldehydem, oraz sole metali alkalicznych, amonowe i metali ziem alkalicznych z kwasem ligninosulfonowym, a także alkiloarylosulfoniany, sole metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych z kwasami dwubutylo-naftalenosulfonowymi, siarczany alkoholi tłuszczowych, takie jak sole podstawionych grupami siarczanowymi heksadekanoli, heptadekanoli, oktadekanoli i sole podstawionych grupami siarczanowymi eterów glikoli alkoholi tłuszczowych, sól sodowa oleilometylotaurynianu, etyn-diole o dwóch trzeciorzędowych grupach hydroksylo-owych, chlorek dwualkilodwulauryloamoniowy oraz sole metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych z kwasami tłuszczowymi.

Jako środki przeciwspieniające stosuje się silikony.

Substancje czynne o wzorze 1 miesza się z wyżej określonymi dodatkami, miele, odsiewa i rozciera

w taki sposób, aby uziarnienie stałych składników środków do opryskiwania nie przekraczało 0,02—0,04, a stałych składników past nie przekraczało 0,03 mm. Do wytwarzania koncentratów emulsyjnych past stosuje się dyspergatory, takie jak poprzednio podane organiczne rozpuszczalniki i wodę. Jako rozpuszczalniki stosuje się na przykład alkohole, benzen, ksyleny, toluen, sulfotlenek metylowy i frakcje ropy naftowej wrzące w temperaturze 120—350°. Rozpuszczalniki muszą być praktycznie bezwonne, nie powinny mieć właściwości toksycznych w stosunku do roślin, nie mogą wchodzić w reakcje chemiczne z substancjami czynnymi oraz nie mogą być łatwopalne.

Środki według wynalazku mogą być także stosowane w postaci roztworów. W tym przypadku jedną lub większą liczbę substancji czynnych o ogólnym wzorze 1, w którym  $R_1$ ,  $R_2$  i  $R_3$  mają uprzednio określone znaczenie, rozpuszcza się w odpowiednich rozpuszczalnikach organicznych, mieszaninach rozpuszczalników lub wodzie. Jako organiczne rozpuszczalniki można stosować poszczególne alifatyczne i aromatyczne węglowodory, ich chlorowane pochodne, alkilonaftaleny, oleje mineralne oraz ich mieszaniny. Roztwory powinny zawierać 1—20% substancji czynnych.

Omówione środki według wynalazku można mieszać z innymi środkami lub substancjami biocydowymi. Tak więc nowe środki według wynalazku mogą oprócz wyszczególnionych związków o ogólnym

wzorze 1 zawierać na przykład środki owadobójcze, grzybobójcze, bakteriobójcze, fungistatyczne, bakteriostatyczne lub nicieniobójcze w celu poszerzenia zakresu oddziaływania. Środki według wynalazku mogą zawierać również nawozy roślinne, pierwiastki śladowe itd.

Podane poniżej przykłady objaśniają bliżej zastosowanie i sporządzanie preparatów środka chwastobójczego według wynalazku zawierającego nowe pochodne furfuryloaminy. Części oznaczają części wagowe.

Przykład I. Działanie chwastobójcze związków o wzorze 1 potwierdzają przeprowadzone, podane niżej próby.

Przedwstępne działanie chwastobójcze.

a) Substancje czynne miesza się z glebą uprawną w stosunku 60 mg substancji czynnej/litr ziemi. Glebę umieszcza się w szalkach wysiewowych i zasiewa następujące rośliny doświadczalne: *Avena sativa*, *Setaria italica*, *Lolium perenne*, *Solanum lycopersianum*, *Sinapis alba*, *Vicia sativa*. Następnie szalki wysiewowe przetrzymuje się w cieplarni w temperaturze 22—25°C przy 70% wilgotności względnej powietrza. Po upływie 20 dni dokonuje się oceny wyników doświadczenia, według podanej niżej 9 stopniowej skali ocen: 1 = rośliny wyniszczone; 2—4 = pośrednie stopnie uszkodzenia powyżej 50%, 5—8 = pośrednie stopnie uszkodzenia poniżej 50%, 9 = rośliny nieuszkodzone (rośliny próby kontrolnej). Wyniki podane w tablicy 2.

Tablica 2

| Nr substancji z tablicy 1 | <i>Avena sativa</i> | <i>Setaria italica</i> | <i>Lolium perenne</i> | <i>Solanum lyco</i> | <i>Sinapis alba</i> | <i>Vicia sativa</i> |
|---------------------------|---------------------|------------------------|-----------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 1                         | 2                   | 3                      | 4                     | 5                   | 6                   | 7                   |
| 58                        | 2                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 2                   |
| 59                        | 2                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 2                   |
| 1                         | 2                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 2                   |
| 2                         | 4                   | 1                      | 1                     | 3                   | 5                   | 9                   |
| 4                         | 2                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 6                   |
| 6                         | 3                   | 1                      | 1                     | 3                   | 2                   | 2                   |
| 7                         | 2                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 2                   |
| 8                         | 3                   | 1                      | 1                     | 3                   | 3                   | 8                   |
| 10                        | 2                   | 2                      | 2                     | 2                   | 3                   | 6                   |
| 11                        | 3                   | 2                      | 1                     | 3                   | 6                   | 9                   |
| 13                        | 2                   | 2                      | 1                     | 3                   | 2                   | 2                   |
| 14                        | 3                   | 1                      | 1                     | 4                   | 3                   | 9                   |
| 15                        | 3                   | 2                      | 1                     | 2                   | 3                   | 9                   |
| 23                        | 3                   | 2                      | 1                     | 2                   | 2                   | 3                   |
| 29                        | 3                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 9                   |
| 33                        | 3                   | 3                      | 1                     | 3                   | 2                   | 6                   |
| 35                        | 3                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 3                   |
| 37                        | 2                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 5                   |
| 39                        | 3                   | 2                      | 1                     | 2                   | 3                   | 8                   |
| 54                        | 2                   | 2                      | 2                     | 3                   | 3                   | 7                   |
| 55                        | 3                   | 2                      | 1                     | 4                   | 7                   | 9                   |
| 56                        | 3                   | 2                      | 3                     | 3                   | 6                   | 9                   |
| 57                        | 2                   | 1                      | 1                     | 2                   | 2                   | 2                   |

b) Bezpośrednio po wysiewie roślin doświadczalnych na powierzchnię ziemi rozproszcza się substancję czynną w postaci wodnej zawiesiny otrzymanej z 25% proszku zwilżalnego. Następnie szalki wysiewowe przetrzymuje się w temperaturze 22—23° w powietrzu o 50—70% wilgotności względ-

nej. Po upływie 28 dni dokonuje się oceny wyników doświadczenia.

Jako rośliny doświadczalne stosuje się *Lolium perenne*, *Setaria italica*, *Echinochloa crus galii*, *Poa trivialis*, *Alopecurus myosuroides*, *Digitaria*

sanguinale, soja (*Glycine hyspida*), bawełna (*Gossypium herbaccara*).

Dawki stosowane w tym doświadczeniu są podane niżej w tablicy 3. Oceny wyników dokonuje się według podanej niżej 9 stopniowej skali ocen: 1 = rośliny wyniszczone, 2—4 = pośrednie stopnie uszkodzenia powyżej 50%, 5 = uszkodzenie 50%, 6—8 = pośrednie stopnie uszkodzenia poniżej 50%, 9 = rośliny nieuszkodzone (próbka kontrolna).

25% środek składa się z 25 części substancji czynnej, 10 części krzemianu sodowoglinowego, 0,6 części dwubutylonaftylosulfonianu sodu, 1,0 części kondensatu kwasów naftalenosulfonowych z formaldehydem (3:2:1) i 63,4 części kaolinu. Z tego proszku zwilżalnego sporządza się zawiesinę w ilości wody odpowiadającej dawce 1000 l/ha.

Tablica 3

| Substancja czynna                                                                                                                         | Dawka kg/ha | <i>Lolium perenne</i> | <i>Setaria italica</i> | <i>Echinochloa crus galli</i> | <i>Poa trivialis</i> | <i>Alopecurus myosuroides</i> | <i>Digitaria sanguinalis</i> | Soja        | Bawełna     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|-----------------------|------------------------|-------------------------------|----------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------|-------------|
| 1                                                                                                                                         | 2           | 3                     | 4                      | 5                             | 6                    | 7                             | 8                            | 9           | 10          |
| N-(4-trójfлуorometylo)-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylo-furfuryloamina                                                                        | 8<br>4<br>1 | 3<br>2<br>2           | 1<br>1<br>2            | 1<br>1<br>1                   | 1<br>1<br>1          | 1<br>2<br>4                   | 1<br>1<br>1                  | 9<br>9<br>9 | 9<br>9<br>9 |
| N-(4-trójfлуorometylo)-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloamina                                                                          | 8<br>4<br>1 | 2<br>2<br>2           | 1<br>1<br>1            | 1<br>1<br>2                   | 1<br>1<br>1          | 1<br>1<br>2                   | 1<br>1<br>1                  | 9<br>9<br>9 | 9<br>9<br>9 |
| N-(4-trójfлуorometylo)-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina                                                              | 8<br>4<br>1 | 1<br>1<br>1           | 1<br>1<br>1            | 1<br>1<br>1                   | 1<br>1<br>1          | 1<br>1<br>1                   | 1<br>1<br>1                  | 6<br>9<br>9 |             |
| N-(4-metylosulfonylo)-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloamina                                                               | 4<br>1      | 1<br>1                | 2<br>2                 | 1<br>2                        | 1<br>1               | 1<br>1                        | 1<br>1                       | 9<br>9      |             |
| N-(4-dwufluorometylo)-2,6-dwunitro-4-fenylo)-N-etylofurfuryloamina                                                                        | 8<br>1      | 1<br>1<br>3           | 1<br>2<br>5            | 2<br>2<br>3                   | 1<br>1<br>1          | 1<br>2<br>3                   | 1<br>2<br>2                  | 7<br>8<br>9 | 8<br>9<br>9 |
| 4-trójfлуorometylo-2,6-dwunitro-dwu-n-propyloanilina, znana z wyłożeniowego opisu patentowego Niemieckiej Republiki Federalnej nr 1300727 | 8<br>4<br>1 | 1<br>1<br>1           | 1<br>1<br>1            | 1<br>1<br>1                   | 1<br>1<br>1          | 1<br>1<br>1                   | 1<br>1<br>1                  | 2<br>3<br>9 | 3<br>7<br>9 |

Przykład II. Proszki zwilżalne. W celu wytworzenia a) 50%, b) 25%, c) 10% proszku zwilżalnego stosuje się podane niżej ilości składników:

a) 50 części N-(4-trójfлуorometylo)-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloaminy, 5 części soli sodowej kwasu dwubutylonaftalenosulfonowego, 3 części kondensatu kwasów naftalenosulfonowych i kwasów fenolosulfonowych z formaldehydem (3:2:1), 20 części kaolinu i 22 kredy Champagne;

b) 25 części N-(4-trójfлуorometylo)-2,6-dwunitrofenylo)-N-metylo-furfuryloaminy, 5 części soli sodowej oleilometylotaurynianu, 2,5 części kondensatu kwasów naftalenosulfonowych z formaldehydem, 0,5 części karboksymetylocelulozy, 5 części obojętnego glinokrzemianu potasu i 62 części kaolinu;

c) 10 części N-(4-trójfлуorometylo)-2,6-dwunitrofenylo)-N-etyloczterowodorofurfuryloaminy, 3 części

ci mieszaniny soli sodowych nasyconych siarczanów alkoholi tłuszczowych, 5 części produktu kondensacji kwasów naftalenosulfonowych z formaldehydem i 82 części kaolinu.

Podaną substancją czynną powleka się odpowiednie substancje nośnikowe, to znaczy kaolin i kredę, a następnie miesza z innymi składnikami i miele. Otrzymuje się proszki zwilżalne o doskonałej zwilżalności i zdolności tworzenia zawiesin. Z takich proszków zwilżalnych można przez rozcieńczanie wodą wytwarzać zawiesiny o dowolnym stężeniu. Zawiesiny tego rodzaju stosuje się do zwalczania traw w uprawach roślin hodowlanych.

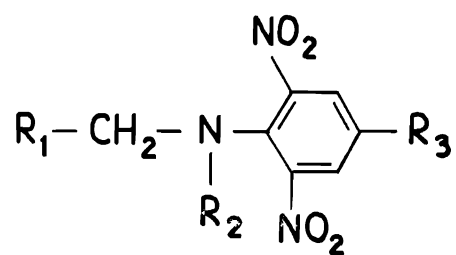
Przykład III. Pasty. W celu wytworzenia 45% pasty stosuje się następujące substancje: 45 części N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloaminy, 5 części glinokrzemu sodu, 14 części eteru poliglikolu cetylowego o 8 molach tlenu etylenu w eterze, 1 części eteru poliglikolu oleilowego o 8 molach tlenu etylenu w eterze, 2 części oleju wrzecionowego, 10 części poliglikolu etylowego i 23 części wody.

Substancję czynną miesza się dokładnie z substancjami dodatkowymi w przystosowanych do tego celu urządzeniach i miele. Otrzymuje się pastę, z której można drogą rozcieńczania w wodzie wytwarzać zawiesiny o dowolnym stężeniu. Zawiesiny nadają się do zwalczania darni w plantacjach warzyw.

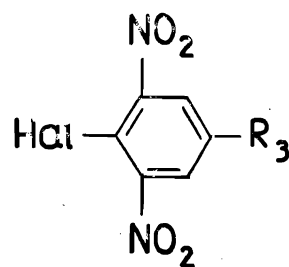
Przykład IV. Koncentrat emulsyjny. W celu wytworzenia 10% koncentratu emulsyjnego miesza się razem 10 części N-(4-trójfluorometylo-2,6-dwunitrofenylo)-N-etylofurfuryloaminy, 15 części eteru poliglikolu oleilowego o 8 molach tlenu etylenu w eterze i 75 części izoforonu. Koncentrat ten można rozcieńczać wodą w celu wytworzenia emulsji o żądanym stężeniu. Emulsje takie nadają się do zwalczania darni w plantacjach hodowlanych, na przykład bawełny, soi itp.

#### Zastrzeżenie patentowe

Srodek chwastobójczy, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera co najmniej jedną nową pochodną furfuryloaminy o ogólnym wzorze 1, w którym  $R_1$  oznacza grupę 2-furylową lub cztero-wođoro-2-furylową ewentualnie podstawioną w położeniu-5 niższym rodnikiem alkilowym,  $R_2$  oznacza niższy rodnik alkilowy, alkenylowy, alkinylowy lub niższą grupę alkoksyalkilową,  $R_3$  oznacza niższy rodnik alkilowy, atom chlorowca, grupę chlorowcoalkilową, grupę cyjanową, karbamylową, alkilo- lub dwualkilokarbamylową, alkilosulfonylową, sulfamylową, alkilo- lub dwualkilosulfamylową, oraz zawiera odpowiednie dla zwalczania trawia-  
stych chwastów dyspergatory i/lub nośniki i ewentualnie inne substancje czynne o działaniu chwastobójczym lub szkodnikobójczym.



Wzór 1



Wzór 2