

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

63203

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 45 1, 19/02

Zgłoszono: 28.IX.1967 (P 122 787)

Pierwszeństwo: _____

MKP A 01 n, 9/22

Opublikowano: 20.VII.1971

UKD 632.954:547

Twórca wynalazku: Werner Schwarze

Właściciel patentu: Deutsche Gold — und Silber — Scheideanstalt
vormals Roessler, Frankfurt n/Menem
(Niemiecka Republika Federalna)

Środek do regulacji wzrostu roślin, zwłaszcza do zwalczania chwastów

1

Przedmiotem wynalazku jest środek do regulacji wzrostu roślin, zwłaszcza do zwalczania chwastów.

Znane są z belgijskich opisów patentowych nr 656232 i 644355 środki chwastobójcze, które zawierają jako składnik czynny s-triazynę posiadającą w pozycji 2 grupę azydo, alkilo-merkaptu lub atom chlorowca zaś w pozycji 4 grupę cyjanoalkilaminową. Jednak w tych związkach grupa cyjanowa jest związana z pierwszorzędowym atomem węgla.

Stwierdzono, że cyjanoalkilamino-s-triazyny, których grupa cyjanowa jest związana z trzeciorzędowym atomem węgla, wyróżniają się specjalnie silnym i selektywnym działaniem chwastobójczym, jak też łatwo ulegają rozkładowi w glebie.

Związki te odpowiadają wzorowi ogólnemu 1, w którym X oznacza atom chlorowca, (korzystnie chloru), niższą grupą alkoksylową, niższą grupą alkilomerkaptu, grupę N_3 lub grupę $-NR^1 R^2$, w której R^1 i R^2 są identyczne lub różne i oznaczają atom wodoru, niższy prosty lub rozgałęziony rodnik alkilowy lub alkenylowy, dowolnie podstawiony przez rodnik fenyłowy lub grupy CN, -OH, -OR, lub -SR, w których R oznacza niższy rodnik alkilowy, zaś R^3 i R^4 są identyczne lub różne i oznaczają prosty lub rozgałęziony rodnik alkilowy, alkenylowy lub aralkilowy o łącznej ilości 1—8 atomów węgla oraz mogą tworzyć pierścień 5—7 członowy wspólnie z łączącym atomem węgla.

2

Przez „niższy rodnik” rozumie się rodnik o 1—4 atomach węgla.

Związki o wzorze ogólnym 1 można wytwarzać znanymi sposobami na przykład przez poddanie reakcji 1 mola chlorku cyjanuru z 1 molem α -aminonitrylu o ogólnym wzorze 2 w obecności 1 mola środka wiążącego chlorowcowodór, np. wodorotlenku sodowego i następnie z 1 molem amoniaku lub aminy o wzorze ogólnym $NHR^3 R^4$ również w obecności 1 mola wodorotlenku sodowego. Do tego celu nadają się np. nitryle o wzorach 3, 4, 5, 6, 7 i 8.

Związki alkilmerkaptu można uzyskać np. przez reakcję odpowiednich chlorotriazyn z alkilomerkaptanem w obecności środka wiążącego kwas.

Związki alkoksy otrzymuje się np. z dużą wydajnością jeżeli poddaje się reakcji odpowiednie pochodne chlorowe z alkoholem sodowym w podwyższonych temperaturach i pod zwiększonym ciśnieniem.

Azydotriazyny można otrzymywać albo za pomocą reakcji chlorowcotriazyn z azydkiem metalu alkalicznego lub azydkiem amonowym w dwumetyloformamidzie lub sulfotlenku metylu albo korzystnie przez reakcję odpowiedniego związku czwartorzędowego z jednym z wyżej wymienionych azydków w wodzie.

Związki o wzorze ogólnym 1 mają dobre właściwości chwastobójcze i mogą być użyte zarówno przed pojawieniem się jak i po pojawieniu się

chwasłów. Zastosowane w małym stężeniu są zdolne regulować wzrost roślin. W zależności od rodzaju podstawników R^1 — R^4 można je stosować zarówno do niszczenia lub selektywnego zahamowania wzrostu chwastów wśród roślin uprawnych, jak również do całkowitego zniszczenia i zahamowania wzrostu roślin.

Związki te można także wykorzystać do pozbywania się owocu, opóźnienia kwitnienia etc. Można je stosować indywidualnie lub w mieszaninie z innymi środkami chwastobójczymi, owadobójczymi, grzybobójczymi i nawozami.

Przykładami związków odpowiadających ogólnemu wzorowi 1 są:

X	R^1	R^2	R^3	R^4	Temperatura topnienia w °C	Wygląd
Cl	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	191—192	białe kryształy
Cl	H	H	CH ₃	C ₂ H ₅	178—179	"
Cl	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	201—202	"
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	151—152	"
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	141—142	"
Cl	H	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	177—178	"
Cl	H	CH ₃	wzór 9		183—184	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	161—162	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	136—137	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	wzór 10		141
Cl	H	C ₂ H ₅	wzór 9		134—136	"
Cl	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	161—162	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	188—189	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₂ H ₅	156	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	148—149	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	121	"
Cl	H	C ₄ H ₉ -n	CH ₃	CH ₃	149—150	"
Cl	H	CH ₂ CH ₂ CH ₂ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	124—125	"
Cl	H	CH ₂ CH ₂ SCH ₂	CH ₃	CH ₃	127—129	"
Cl	H	CH ₂ CN	CH ₃	CH ₃	166—167	"
Cl	H	CH ₂ CH ₂ OH	CH ₃	CH ₃	148—149	"
Cl	H	CH ₂ ·CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃	136—138	"
SCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	124—125	"
SCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	141—143	"
SCH ₃	H	CH ₃	C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	118—120	"
SCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	103—105	"
SCH ₃	H	CH ₂ C ₆ H ₅	CH ₃	CH ₃	126—128	"
SCH ₃	H	CH ₂ ·CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃	83—85	"
SCH ₃	H	CH ₂ CH ₂ OH	CH ₃	CH ₃	99—100	"
SCH ₃	H	C ₂ H ₅	wzór 9		113—115	"
OCH ₃	H	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	129—131	"
OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	103—104	"
OCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	91—92	"
OCH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	90—91	"
N ₃	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	132—134	"
N ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	84—85	"
N ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	77—79	"
N ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	128—129	"
N ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	92—94	"
CH ₃ NH	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	90—91	"
C ₂ H ₅ NH	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	91—92	"
C ₂ H ₅ NH	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	81—82	"
Cl	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	109—110	"
Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	92—93	"
Cl	H	(CH ₂) ₂ CN	CH ₃	CH ₃	189—190	"
Cl	H	C(CH ₃) ₂ CN	CH ₃	CH ₃	183—185	"
Cl	H	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	114—115	żółtawe kryształy

X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	Temperatura topnienia w °C	Wygląd
Cl	H	(CH ₂) ₃ OC ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	122	białe kryształy
Cl	H	C ₃ H ₇ -n	CH ₃	C ₂ H ₅	129—131	"
Cl	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	60—62	"
Cl	H	CH ₂ CH ₂ CN	CH ₃	C ₂ H ₅	140—141	"
Cl	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	69—70	"
Cl	H	(CH ₂) ₃ SCH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	99—100	"
Cl	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	145	"
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	118—121	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	124—126	"
Cl	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	64—65	"
Cl	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	140	"
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	140	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	120—121	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	130	"
Cl	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	115	"
Cl	H	(CH ₂) ₃ SCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	91—92	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	153—154	"
Cl	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	81—83	"
Cl	H	H	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	153—155	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	120	"
Cl	H	H	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	105	"
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	78	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	120	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	110	"
Cl	H	H	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -i	135	"
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -i	75	"
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -i	120	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -i	110	"
Cl	H	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -n	152—154	"
Cl	H	C ₂ H ₅	wzór 11		155	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	wzór 11		200—201	"
Cl	H	H	wzór 11		213	"
Cl	H	C ₃ H ₇ -i	wzór 11		156—157	"
OCH ₃	H	H	CH ₃	CH ₃	195	"
OCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	105—107	"
OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	99—100	"
OCH ₃	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	81—82	"
OCH ₃	H	(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	—	żółty olej
OCH ₃	H	H	CH ₃	C ₂ H ₅	130	białe kryształy
OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	115—117	"
OCH ₃	H	C ₄ H ₉ -	CH ₃	C ₂ H ₅	—	bezpostaciowy olej
OCH ₃	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	—	"
OCH ₃	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	149—150	białe kryształy
OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	135	"
OCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	114	"
OCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	105	"
OCH ₃	H	H	wzór 9		180	"
OC ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	129—131	"
OC ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	106—107	"
SCH ₃	H	H	CH ₃	CH ₃	230	"
SCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	100	"
SCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	—	olej
SCH ₃	H	C ₄ H ₉ -i	CH ₃	CH ₃	83—84	białe kryształy
SCH ₃	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	110—111	"
SCH ₃	H	(CH ₂) ₃ CSCH ₃	CH ₃	CH ₃	69—70	"

X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	Tempera- tura topnie- nia w °C	Wygląd
SCH ₃	H	H	CH ₃	C ₂ H ₅	135	białe kryształy
SCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	121—122	„
SCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅		„
SCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅		żółty olej
SCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₂ H ₅	91—92	białe kryształy
SCH ₃	H	CH ₂ CH ₂ CN	CH ₃	C ₂ H ₅	110—112	„
SCH ₃	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	212—214	„
SCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	122—124	„
SCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	129—131	„
SCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₅ H ₁₁ -i	93—94	„
SCH ₃	H	H	wzór 9		191—193	„
SCH ₃	H	CH ₃			139—141	„
SCH ₃	H	C ₃ H ₇ -i			127—128	„
SC ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	126—127	„
SC ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	83—84	„
SC ₃ H ₇ -n	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	96—97	„
SC ₃ H ₇ -n	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	71—72	„
N ₃	H	H	CH ₃	CH ₃	193 (roz- kład)	„
N ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	102—105	„
N ₃	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	92—93	„
N ₃	H	H	CH ₃	C ₂ H ₅	128—130	„
N ₃	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₂ H ₅	69—70	„
N ₃	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	78—79	„
N ₃	H	H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	164—165	„
N ₃	H	(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	109—111	„
N ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	130	„
N ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₅ H ₁₁ -n	97—98	„
N ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₅ H ₁₁ -i	105	„
N ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₅ H ₁₁ -i	120	„
N ₃	H	H	wzór 9		201	„
NHC ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅		C ₂ H ₅	85—87	„
NHC ₂ H ₅	H	C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₂ H ₅	100—103	„

Niektóre przedstawione bisalkiloaminotriazyny są znane. Pewne z nich są doskonałymi herbicydami, jak np. 2,4-bisetyloamino-6-chlorotriazyna, 2-etyloamino-4-izopropoxyloamino-6 - chlorotriazyna, 2-metyloamino - 4-izopropoxyloamino-6-metylo-merkaptotriazyna i 2,4-bis-i-propoxyloamino-6-metylo-merkaptotriazyna.

Wszystkie te związki zawierające dwie grupy alkiloaminowe o rodniku alkilowym zawierającym 1—3 atomów węgla.

Wszystkie związki, które zamiast grupy cyjanowej mają grupę karboksamidową, karboksylową lub karboalkoksylową nie wykazują w ogóle żadnego działania fitotoksycznego. Przykładami takich związków są: 2-chloro-4-etyloamino-6-(1-metylo-1-karbamoiloetylo)-amino-s-triazyna i 2-chloro-4-etyloamino-6-(1-metylo-1 - karboksyetylo)-amino-s-triazyna.

A zatem chwastobójcze działanie związków związane jest z obecnością grupy cyjanowej ta zaś musi być związana z trzeciorzędowym atomem węgla. Cyjanoalkiloaminotriazyny posiadające grupę -NH(CH₂)_n-CN są o wiele mniej skuteczne.

Znane chlorotriazyny odznaczają się dużą trwałością w glebie, co często jest niepożądane. W porównaniu z tymi związkami triazyny stanowiące substancje czynną środka według wynalazku rozkładają się w glebie po stosunkowo krótkim okresie czasu.

Chlorotriazyny stanowiące substancję czynną środka według wynalazku są bardzo selektywne, np. na uprawach kukurydzy. Pod tym względem są one podobne np. do 2-4-bis-etyloamino-6-chlorotriazyny. Jednak w porównaniu z tym związkiem wykazują one tę zaletę, że po okresie kultuwowania rozkładają się w glebie do substancji niewykazujących żadnego działania chwastobójczego. Dlatego nie zachodzi konieczność uprawiania kukurydzy na tych samych polach znowu w następnym roku.

Selektywność związków stanowiących substancję czynną środka według wynalazku nie ogranicza się do kukurydzy. Selektywność, która jest funkcją budowy związku, uzyskuje się także na innych uprawach. Selektywne dla kukurydzy są także na

przykład związku o wzorze ogólnym 1 posiadające następujące podstawniki:

X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
Cl	H	H	CH ₃	CH ₃
Cl	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃
Cl	H	C ₃ H _{7-i}	CH ₃	CH ₃
Cl	H	H	CH ₃	C ₂ H ₅
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅
Cl	H	C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H _{7-n}
OCH ₃	H	H	CH ₃	CH ₃

Następujące związki o wzorze 1 są selektywne dla pszenicy:

X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
Cl	H	C ₃ H _{7-i}	CH ₃	C ₃ H _{7-i}
Cl	H	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
SCH ₃	H	CH ₃	CH ₃	C ₃ H _{7-i}

Selektywność dla ryżu osiąga się np. dla związków o wzorze ogólnym 1 z następującymi podstawnikami:

X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
Cl	H	CH ₃	CH ₃	C ₃ H _{7-i}
Cl	H	CH ₃	wzór 9	
Cl	H	CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃
-SCH ₃	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅

Związki o wzorze ogólnym 1 posiadające podstawniki niżej wymienione:

X	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
SCH ₃	H	C ₃ H _{7-i}	CH ₃	CH ₃
SCH ₃	H	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
OCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃
SCH ₃	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃

są przykładami związków selektywnych dla ba-
weiny.

W zależności od rodzaju podstawników związki wykazują doskonałą aktywność zarówno przed jak i po wschodach.

W większości przypadków związki stanowiące substancję aktywną środka według wynalazku są krystaliczne, bardzo dobrze rozpuszczalne w wielu rozpuszczalnikach organicznych. Pod tym względem różnią się one od znanych chloro-bis-alkilamino-triazyn, które bardzo trudno rozpuszczają się we wszystkich konwencjonalnych rozpuszczalnikach. Z tego względu nowe związki roztwarzające się w rozpuszczalnikach nadają się do opryskiwania pól z samolotów.

Do rozpuszczania tych nowych związków nadają się następujące rozpuszczalniki: alkohole, takie jak

metanol i etanol, propanol, ketony takie, jak aceton, cykloheksanon węglowodory, takie jak benzen, toluen, ksylen, nafta świetlna chlorowcowane węglowodory, np. chloronaftalen, oleje mineralne, jak olej napędowy, oleje roślinne lub mieszaniny wyżej wymienionych substancji.

Związki triazynowe można także stosować na stałych nośnikach. W tym celu stosuje się wszystkie znane nośniki, np.: glinę, kaolin, ziemię okrzemkową, bentonit, talk, drobno zmielony węgiel wapniowy, węgiel drzewny, trociny drzewne itp.

Substancję aktywną miesza się z nośnikami na sucho lub rozpryskuje się je w postaci roztworów lub emulsji na powierzchni nośników, lub też miesza z nimi nośniki i następnie suszy uzyskaną mieszaninę.

Celem uzyskania lepszej przyczepności substancji aktywnej można użyć znanych substancji takich jak kazeina, alginiany i inne.

Związki triazynowe, ewentualnie na nośnikach można mieszać również ze środkami dyspergującymi i stabilizatorami. Sporządza się z nich na przykład pastę lub proszek, które z kolei po zarobieniu wodą dają zawiesinę.

Jako środki zwilżające, emulgatory i stabilizatory stosuje się substancje anionowe, kationowe lub niejonotwórcze, np. olej turecki, sole kwasów tłuszczowych, sulfoniany alkilowo-arylowe, drugorzędowe sulfoniany alkilowe, żywiczany, etery polietylenowe alkoholi tłuszczowych, kwasy tłuszczowe lub aminy tłuszczowe, czwartorzędowe związki amoniowe, sulfokwasy ligninowe, saponine, żelatynę, kazeinę albo indywidualnie albo w mieszaninie.

Poniższe przykłady ilustrują sposób wytwarzania substancji czynnej oraz sposób otrzymywania środków według wynalazku, jak też badanie ich przydatności jako środków do zwalczania chwastów.

Przykład I. Otrzymywanie 2-chloro-4-amino-6-(1-cyano-1-metyloetylo)-aminotriazyny.

184,5 g chlorku cyjanurowego zawiesza się w 750 ml acetonu i zawiesinę oziębia się do temperatury 0°C. Następnie dodaje się po kropli 85,7 g (1,02 mola) α-aminoizobutyronitrylu. Temperatura nie powinna przekroczyć +5°C. W tejże temperaturze dodaje po kropli roztwór 40 g NaOH w 100 ml H₂O, przy czym należy uważać, aby wartość pH roztworu nie przekroczyła 8. Następnie bez zewnętrznego chłodzenia do roztworu dodaje się po kropli 200 g 17% uwodnionego amoniaku. Temperatura stopniowo podnosi się do 30—35°C. Mieszanie kontynuuje się tak długo, aż roztwór wykaże odczyn obojętny. Aceton odsąca się pod próżnią i roztwór zadaje się wodą. Uzyskaną grubą masę krystaliczną odsąca się, przemywa wodą i suszy się w temperaturze 50°C w próżni. Wydajność: 174,4 g (82% wydajności teoretycznej)

Chromatogram cienkowarstwowy: 98%

Analiza:

C₇H₇N₆Cl obliczono w %/o: C 39,5, H 4,3, N 39,5
Cl 16,7

otrzymano odpowiednio 39,7 4,4 39,5 16,6
(ciężar cząsteczkowy 212,5)

Przykład II. Otrzymywanie 2-chloro-4-etyloamino-6-(1-cyjano-1-metylopropylo) - aminotriazyny.

184,5 g chlorku cyjanurowego zawiesza się w 1 litrze czterowodorofuranu. Zawiesinę oziębia się do temperatury 0°C i w tej temperaturze najpierw dodaje się po kropli 100 g α -aminoizowaleronitrylu i następnie 80 g 50% roztworu sody kaustycznej. Mieszanina gwałtownie staje się obojętna. Oziębianie przerywa się i w czasie podnoszenia się temperatury dodaje się po kropli 90 g 50% roztworu etyloaminy a następnie 80 g 50% roztworu sody kaustycznej. Temperatura maksymalna wynosi 45°C.

W wyniku otrzymuje się 240,5 g śnieżnobiałego produktu o temperaturze topnienia 139–145°C.

Analiza:

$C_{10}H_{15}N_6Cl$ obliczono w %/o: C 47,5, H 5,9, N 33,0
Cl 13,9

otrzymano odpowiednio: 47,2 6,0 33,1 14,1
(ciężar cząsteczkowy 254,5).

Przykład III. Otrzymywanie 2-metoksy-4-etyloamino-6-(1-cyjano-1-metyloetylo) - aminotriazyny.

W temperaturze 30–35°C wprowadza się 240,5 g 2-chloro-4-etyloamino-6 - (1-cyjano-1-metyloetylo)-aminotriazyny do 1 litra metanolu, zawierającego 54 g metylanu sodowego. Reakcja jest słabo egzotermiczna. Temperaturę utrzymuje się w granicach 30–35°C w ciągu 4 godzin, a następnie podnosi się do 60°C przez godzinne ogrzewanie. Odczyn roztworu staje się wtedy obojętny. Metanol odparowuje się w próżni i pozostałość zadaje wodą. Uformowane kryształy odsącza się. Po przemyciu i wysuszeniu otrzymuje się 227 g substancji o temperaturze topnienia 138°C.

Analiza:

$C_{10}H_{16}N_6O$ obliczono w %/o: C 58,0, H 6,8, N 35,6
otrzymano 50,7 6,9 35,7

(ciężar cząsteczkowy 236)

Przykład IV. Otrzymywanie 2-metylomerkapt-4- β -cyjanoetyloamino-6 - (1-cyjano-1-metylopropylo)-aminotriazyny.

Wprowadza się 279,5 g 2-chloro-4- β -cyjanoetyloamino-6-(1-cyjano-1-metylo-propylo) - aminotriazyny do roztworu 70 g merkaptidu sodowo-metylowego w 1 litrze metanolu i mieszaninę ogrzewa się w ciągu 12 godzin do temperatury 40–45°C, po czym całość odparowuje się w próżni i wypełnia się wodą. Dalsza obróbka (odsączenie przy zastosowaniu ssania, przemycie i wysuszenie) daje 284 g białego krystalicznego proszku o temperaturze topnienia 110–112°C.

Analiza:

$C_{12}H_{17}N_7S$ obliczono w %/o: C 49,5, H 5,8, N 33,7,
S 11,0

otrzymano odpowiednio: 49,7 5,8 33,6 11,0
(ciężar cząsteczkowy 291).

Przykład V. Otrzymywanie 2-azydo-4-metyloamino-6-(1-cyjano-1-metyloheksylo) - aminotriazyny.

Wprowadza się 282,5 g 2-chloro-4-metyloamino-6 (1-cyjano-1-metyloheksylo)-aminotriazyny do 1 litra izopropanolu. Dodaje się 70 g azydku

sodowego i 100 ml wodnego roztworu zawierającego 20 g trzeciorzędowej aminy. Temperatura nieco podnosi się. Temperaturę podwyższa się do 40–45°C przez czterogodzinne ogrzewanie. Rozpuszczalnik odparowuje się w próżni i pozostałość zadaje się wodą. Po odsączeniu przy zastosowaniu ssania, przemyciu i wysuszeniu uzyskuje się 267,5 g białych kryształów, o temperaturze topnienia 97–98°C.

Analiza:

$C_{12}H_{19}N_9$ obliczono: w %/o: C 49,8, H 6,6 N 43,6
otrzymano: 49,7 6,8 43,3

(ciężar cząsteczkowy 289).

Przykład VI. Otrzymywanie 2-izopropyl-4-amino-6-(1-cyjano-1-metyloetylo)-aminotriazyny.

W autoklawie umieszcza się wodny roztwór 120 g izopropylaminy w 600 ml wody i 240,5 g 2-chloro-4-etyloamino - 6-(1-cyjano-1-metyloetylo)-aminotriazyny. Autoklaw zamyka się i temperaturę podnosi się do 100–110°C przez ogrzewanie w ciągu 4 godzin. Dalsza obróbka daje 253 g produktu o temperaturze topnienia 91–92°C (białe kryształy).

Analiza:

$C_{12}H_{21}N_7$ obliczono: w %/o: C 54,8 H 8,0 N 37,2
otrzymano: 54,6 8,2 37,1

(ciężar cząsteczkowy 263).

Przykład VII. Miele się w młynie kulowym aż do uzyskania pyłu 10 części wagowych 2-metyloamino-4-(1-metylo-1-cyjanoetylo) - amino-6-chloro-s-triazyny, 89 części wagowych bentonitu i 1 część wagową termicznie wyprodukowanego kwasu krzemowego o wysokim stopniu dyspersji. Mieszaninę tę można stosować w charakterze proszku do opylania.

Przykład VIII. Miele się w młynie kulowym do uzyskania maksymalnej mialkości mieszaninę 10 części wagowych 2-etyloamino-4-(1-cyjano-1-metylo-n-propyloamino-6-metoksy-s-triazyny i 90 części wagowych ziemi okrzemkowej. Uzyskany produkt stosuje się jako proszek do opylania.

Przykład IX. Przygotowuje się mieszaninę 20 części wagowych 2-izopropylamino-4-(1-cyjano-1-metyloetylo) - amino-6-metylomerkapt- s-triazyny, 70 części wagowych chlorobenzenu i 10 części wagowych oktylofenyloвого eteru poliglikolowego z dwu-III-rzęd-butyllofenolu i 10–12 moli tlenku etylenu (Hostapal CV^R). Preparat ten z wodą daje trwałą dyspersję.

Przykład X. 25 części wagowych 2-izopropylamino-4-(1-cyjano-1-metyloetylo) - amino-6-chlorotriazyny rozpuszcza się w 150 częściach wagowych cykloheksanonu, 15 częściach wagowych ksylenu i 10 częściach wagowych podstawionego kwasu naftalenodwulfonowego np. BX^R. Uzyskana mieszanina daje trwałą emulsję z wodą.

Przykład XI. Rozpuszcza się w 450 częściach wagowych nafty 50 częściach wagowych 2-etyloamino-4-(1-cyjano-1-metyloetylo) - amino-6-azydotriazyny. Roztwór nadaje się do natychmiastowego opryskiwania.

Przykład XII. Przeprowadzono następujące próby w celu zbadania chwastobójczej aktywności związków:

a) Obróbka gleby po zasiewie:

W szklarni utrzymywanej w temperaturze 21°C zasiewa się różne nasiona w miskach z tworzywa sztucznego, wypełnionych ziemią. Rano nasiona podlewa się wodą, a po południu podlewa się dyspersją, uzyskaną z roztworu herbicydu rozcieńczonego równą objętością wody. Po dwóch tygodniach od chwili zasiania określa się zahamowanie wzrostu roślin.

b) Obróbka gleby po wykiełkowaniu.

W szklarni utrzymywanej w temperaturze 21°C zasiewa się w ziemi różne nasiona.

Po wykiełkowaniu stosuje się wodną dyspersję substancji aktywnej podobnie jak w przypadku poprzednim. Po 2-ch tygodniach określa się spadek wzrostu.

c) Zastosowano to samo postępowanie jak poprzednio z tą tylko różnicą, że wodną dyspersję aktywnej substancji użyto do opryskiwania liści, a nie do podlewania ziemi.

Wyniki prób przytoczone w poniższych tablicach. Regulację wzrostu szacuje się według skali w której 0 oznacza normalny wzrost zaś 9 — całkowite zniszczenie rośliny.

W próbach opisanych pod a) stosowano substancję aktywną w ilości 20 kg/ha, zaś w próbach b) i c) odpowiednio 10 i 1 kg/ha. W próbach tych były użyte następujące związki:

I 2-amino-4-(1-metylo-1-cyanoetylo)-amino-6-chloro-s-triazyna

II 2-metyloamino-4-(1-metylo-1-cyanoetylo)-amino-6-chloro-s-triazyna.

III 2-etyloamino-4-(1-metylo-1-cyanoetylo)-amino-6-chloro-s-triazyna.

IV 2-etyloamino-4-(1-metylo-1-cyano-n-propylo)-amino-6-chloro-s-triazyna.

V 2-metyloamino-4-(1-metylo-1-cyanoetylo)-amino-6-azydo-s-triazyna.

VI 2-etyloamino-4-(1-metylo-1-cyanoetylo)-amino-6-azydo-s-triazyna.

VII 2-etyloamino-4-(1-metylo-1-cyanoetylo)-amino-6-metylomerkaptos-triazyna.

VIII 2,4-bisetylo-amino-6-chloro-s-triazyna.

IX 2-etyloamino-4-izopropylamino-6-chloro-s-triazyna.

X 2-etyloamino-4-III-rzęd.-butyloamino-6-metylomerkaptos-triazyna.

Tablica I

Próba a)

Substancja stosowana	Kukurydza	Owies	Rajgras	Groch	Siemię lniane	Gorczyca	Burak cukrowy
I	4	9	8	6	9	9	9
II	0	8	8	6	9	9	9
III	0	8	8	5	9	9	9
IV	0	8	8	5	9	9	9
V	4	8	8	4	9	9	9

Substancja stosowana	Kukurydza	Owies	Rajgras	Groch	Siemię lniane	Gorczyca	Burak cukrowy
VI	4	7	7	4	9	9	9
VII	6	9	9	7	9	9	9
VIII (porównawczo)	0	6	7	5	9	9	9
IX (porównawczo)	0	7	8	5	9	9	9
X (porównawczo)	3	7	8	4	9	9	9

Tablica II

Próba b)

Substancja stosowana	kg/ha	Kukurydza	Owies	Rajgras	Groch	Siemię lniane	Gorczyca	Burak cukrowy
I	10	4	9	8	7	9	9	9
	1	0	8	4	6	9	9	8
II	10	0	8	5	3	9	9	9
	1	0	8	4	2	9	9	9
III	10	1	9	9	5	9	9	9
	1	0	8	7	5	9	9	9
IV	10	0	8	8	5	9	9	9
	1	0	7	6	3	9	9	9
V	10	2	8	8	4	9	9	9
	1	0	7	4	0	9	9	9
VI	10	2	8	8	3	9	9	9
	1	1	8	7	1	9	9	9
VII	10	6	9	9	6	9	9	9
	1	4	9	8	6	9	9	9
VIII (porównawczo)	10	3	6	4	5	6	9	8
	1	0	3	2	4	3	7	6
IX (porównawczo)	10	1	6	6	5	9	9	9
	1	0	5	5	5	8	9	9
X (porównawczo)	10	3	8	9	6	9	9	9
	1	2	7	8	6	9	9	9

Tablica III

Próba c)

Substancja stosowana	kg/ha	Kukurydza	Owies	Rajgras	Groch	Siemię lniane	Gorczyca	Burak cukrowy
I	10	2	8	9	1	9	9	9
	1	0	6	4	0	6	6	8
II	10	0	8	8	3	9	9	9
	1	0	5	4	0	7	8	7
III	10	0	7	8	3	9	9	9
	1	0	4	4	0	7	9	8
IV	10	0	7	8	1	8	9	9
	1	0	3	3	0	8	9	8
V	10	4	7	9	3	9	9	9
	1	0	1	1	1	8	9	1

Substancja stosowana	kg/ha	Kukurydza	Owies	Raigras	Groch	Sienie lniane	Gorzycza	Burak cukrowy
VI	10	4	7	9	2	8	9	9
	1	0	4	4	0	7	9	3
VII	10	6	8	9	3	9	9	9
	1	1	4	2	0	7	7	9
VIII	10	0	4	6	1	6	8	7
	1	0	2	4	0	4	6	7
IX	10	1	5	7	3	8	9	7
	1	0	3	5	2	5	8	6
X	10	3	7	8	3	9	9	9
	1	0	4	4	0	9	9	8

Przykład XIII. Zasiewa się nasiona owsa, gorzycy i lnu w miskach wypełnionych ziemią. Gdy rośliny osiągnęły wysokość około 8 cm traktuje się je 0,5% emulsją 2-etyloamino-4-(1-metylo-1-cyanoetylo)-amino-6-metoksy-s-triazyny. Po 18 dniach wszystkie rośliny zostały zniszczone.

Przykład XIV. W celu wypróbowania aktywności chwastobójczej przeprowadzono następujące próby:

a) Obróbka gleby po zasiewie.

Rośliny doświadczalne sieje się małymi pasmami w miskach (38% × 13 × 6 cm) z tworzywa sztucznego, wypełnionego kompostem wazonowym Johna Innesa. Zasianie i podlanie jak również opryskanie herbicydem odbywa się tego samego dnia. Stosuje się różne stężenia substancji aktywnej i w przybliżeniu po 14 dniach określa się fitotoksyczność. Oszacowanie odbywa się za pomocą skali w której 0 oznacza normalny wzrost zaś 9 — całkowite zniszczenie rośliny. Na podstawie tych danych określa się fitotoksyczność dla każdego rodzaju rośliny, którą wyraża się w procentach. Następnie sporządza się wykres w odniesieniu do stężenia substancji aktywnej, z którego oznacza się PD₅₀, to znaczy stężenie aktywnej substancji w kg/ha, które daje 50% redukcję wzrostu roślin.

b) Obróbka po wykiełkowaniu.

Zasiew odbywa się w okrągłych miskach z tworzywa sztucznego (średnica 0,9 cm). Gdy rośliny rozwiną się, spryskuje się je substancją aktywną w różnych stężeniach. Po 10 dniach oznacza się fitotoksyczność i PD₅₀ jak to opisano już pod a).

Jeżeli stosuje się Agropyron repens jako roślinę doświadczalną, pędy odcina się na poziomie ziemi, a dalszy wzrost określa się po 3 tygodniach.

Wartości PD₅₀ i rodzaje zbadanych roślin przedstawiono w tablicy IV dla a) i w tablicy V dla b). Zastosowano substancje o wzorze ogólnym 12. Znaczenie X, R¹, R³ i R⁴ podano na tablicach.

Tablica IV

Nr próby	X	R ¹	R ³	R ⁴	Kukurydza	Pszemica	Jęczmień	Ryz	Palusznik	Kitalisia	Chwasnica jednostronna	Raigras
1	Cl	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	CH ₃ -	5	0,21	0,16	0,1	0,1	0,1	—	—
2	N ₃	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	C ₂ H ₅ -	5	2,6	3,6	2,2	1,6	1,2	—	—
3	-SCH ₃	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	CH ₃ -	1,2	0,21	0,22	—	0,1	0,1	0,1	—
4	-OCH ₃	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	CH ₃ -	0,26	0,1	0,1	—	0,1	0,1	0,1	—
5	Cl	H	CH ₃ -	CH ₃ -	5	0,84	0,23	—	0,1	0,1	0,19	—
6	Cl	CH ₃ -	wzór 9		5	1,7	2	1,3	—	—	1,6	—
7	Cl	-(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃ -	CH ₃ -	5	0,29	0,29	—	0,29	0,1	0,22	—
7a po- rów- naw- cza	Cl	NHC ₂ H ₅	NHC ₃ H ₇ -i	CH ₃ -	5	0,82	1,1	—	0,6	—	0,56	—

Cyfry w rubrykach oznaczają PD₅₀

Agropyron repens	Bawełna	Burak cukrowy	Kapusta głowiasta	Marchew	Babka	Cykoria	Rdest ptasi	Rumianek psi	Koni-czyna	Komosa	Sienie lniane
—	0,42	0,1	0,1	—	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	—	—
—	5	1,0	0,50	—	0,80	0,95	0,1	0,39	0,1	—	—
—	5	0,1	0,1	—	0,16	0,1	0,1	—	0,1	0,1	—
—	1,3	0,1	0,1	—	0,1	0,1	0,1	—	0,1	0,1	—
—	5	0,5	0,42	—	0,21	0,22	0,55	—	0,18	—	—
—	4,7	0,23	0,1	—	0,16	0,18	0,1	—	0,1	0,12	—
—	5	0,35	—	—	0,2	0,2	0,2	—	—	—	—

Nr próby	X	R ¹	R ³	R ⁴	Kukurydza	Pszenica	Jęczmień	Ryż	Palusznik	Kitalisia	Chwastnica jednostronna (echinocloa crusgalli)	Rajgras
8	Cl	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	CH ₃ -	0,76	0,18	0,1	0,22	0,68	0,1	—	0,12
9	N ₃	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	C ₂ H ₅ -	1,8	0,62	0,52	0,65	0,80	0,37	—	0,26
10	-SCH ₃	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	CH ₃ -	0,95	0,20	0,1	0,25	0,15	0,1	0,14	—
11	-OCH ₃	C ₂ H ₅ -	CH ₃ -	CH ₃ -	0,7	0,1	0,1	—	0,16	0,1	0,11	0,1
12	Cl	C ₂ H ₅ -	(CH ₂) ₂	CN	5	2,7	1,1	3,6	5	1,7	—	9
po- rów- naw- cza												
13	Cl	H	CH ₃ -	CH ₃ -	5	0,48	0,27	0,58	0,90	0,34	0,58	—
14	-OCH ₃	H	CH ₃ -	CH ₃ -	0,19	0,11	—	0,1	—	—	0,02	0,1
15	Cl-	CH ₃ -	razem	wzór 9	5	0,58	0,41	5	4,3	0,09	3,6	—
16	Cl-	-(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃ -	CH ₃ -	5	0,34	0,13	0,58	0,27	0,1	0,28	—
17	CH ₃ O-	-(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃ -	CH ₃ -	0,17	0,07	—	0,26	—	—	0,06	0,07
18	Cl	NHC ₂ H ₅	NHC ₃ H ₇ -i	CH ₃ -	5	0,1	0,3	—	0,45	—	0,1	0,36
po- rów- naw- cza												

Cyfry w rubrykach oznaczają PD₅₀

Agropyren repens	Bawełna	Burak cukrowy	Kapusta główniasta	Marchew	Babka	Cykoria	Rdest ptasi	Rumianek psi	Koniczyna	Komosa	Siemię lniane	Gorzyczka
0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,12	0,23	—	—	—	—	—
2,3	0,19	0,11	0,1	0,14	0,19	0,18	0,18	—	—	—	0,1	—
0,10	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	—	—	—	0,1	—
0,11	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	—	—	0,1	—	—
1,2	4,2	0,54	1,4	3,2	5	5	5	—	—	—	—	—
—	0,1	0,1	0,30	0,12	0,17	0,18	0,15	—	—	—	0,1	—
—	0,02	—	0,02	—	0,06	0,05	—	—	—	—	—	0,01
0,27	0,59	0,06	0,08	0,62	0,09	0,08	0,06	—	—	0,06	—	—
0,17	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,15	0,1	—	—	—	0,1	—
—	0,02	—	0,02	—	0,04	0,04	—	—	—	—	—	0,01
—	0,25	0,08	0,08	0,35	0,13	0,17	—	—	—	0,08	—	—

Przykład XV. Celem zbadania aktywności chwastobójczej używa się związków stanowiących substancję czynną środka według wynalazku w postaci roztworów lub zawiesin w mieszaninie z równymi częściami wody i acetonu, zawierającej 1% technicznego środka dyspergującego i 2% gliceryny. Bada się następujące rodzaje roślin: kukurydzę, pszenicę, rajgras, groch, siemię lniane, gorzycę, buraka cukrowego.

Przy obróbce liści uzyskane w wyżej opisanym sposobie preparaty rozpryskuje się na liściach za pomocą urządzenia do natryskiwania, które poz-

wala na rozpryskanie 1—10 kg/ha substancji aktywnej w objętości 630 litrów na godzinę.

W przypadku obróbki ziemi po zasiewie, rośliny doświadczalne sieje się do ziemi znajdującej się w miskach z tworzywa sztucznego. Zasiew i podlanie wodą odbywa się na krótko przed obróbką. W przypadku stosowania obróbki liści stosuje się te same ilości aktywnej substancji.

Przy końcu okresu próbnego (7 dni dla obróbki liści i 11 dni dla obróbki gleby przed wykiełkowaniem) oznacza się wyniki. Działanie fitotoksyczne szacuje się według skali od 0 do 9, w której 0

oznacza normalny wzrost zaś 9 oznacza całkowite zniszczenie rośliny. Fitotoksyczność dla wszystkich 7 roślin przy stężeniu substancji aktywnej wynoszącym 1 kg/ha przytoczono w poniższych tablicach łącznie z danymi dotyczącymi budowy użytego związku. Tablica XI zawiera porównanie z uprzednio znanymi związkami. Podstawniki w poniższych tablicach odnoszą się do wzoru 1.

Tablica VI
X = Cl, R¹ = H

R ²	R ³	R ⁴	Obróbka liści	Obróbka gleby
H	CH ₃	CH ₃	6,3	4,3
CH ₃	CH ₃	CH ₃	5,9	4,4
C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	6,9	4,6
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	7,1	6,0
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	7,0	5,0
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	6,1	4,4
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₂ H ₅	6,7	4,6
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	7,3	4,3
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	6,9	3,6
H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,0	4,3
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	4,6	5,3
H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,0	4,3
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	4,6	5,3
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,0	3,7
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,1	3,1
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,0	3,9
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	5,6	4,1
C ₃ H ₇ -i	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	6,9	3,1
CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	5,7	2,7
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	5,6	2,4
CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,6	0,7
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,0	2,7
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,6	1,4
CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,9	2,3
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,6	2,9
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,1	1,1
(CH ₃) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	6,1	1,9
(CH ₃) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	5,9	2,3
(CH ₃) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	6,9	2,3
(CH ₃) ₃ OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	6,4	1,9
(CH ₃) ₃ OC ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	6,3	2,4
OCH ₃	CH ₃	CH ₃	6,4	1,1
OC ₂ H	CH ₃	CH ₃	6,4	1,1
C ₂ H ₅	wzór 13		6,0	3,7
C ₂ H ₅	wzór 14		6,1	3,4

Tablica VII
X = N₃, R¹ = H

R ²	R ³	R ⁴	Obróbka liści	Obróbka gleby
H	CH ₃	CH ₃	7,6	3,3
C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	6,3	3,9
H	CH ₃	C ₂ H ₅	7,9	3,4
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	6,0	1,9
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	5,9	3,4
H	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	6,1	2,9
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	6,9	3,7
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,3	0
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,0	1,3

R ²	R ³	R ⁴	Obróbka liści	Obróbka gleby
CH ₃	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	6,9	1,4
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₄ H ₉ -i	6,3	1,6
CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,7	0,6
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,4	1,3
CH ₃	CH ₃	C ₆ -H ₁₁ -n	6,6	1,9
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₆ -H ₁₁ -n	6,4	1,3
(CH ₃) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	7,3	2,3
(CH ₃) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	7,4	1,4
(CH ₃) ₃ OCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	6,7	1,0

Tablica VIII
X = SCH₃, R¹ = H

R ²	R ³	R ⁴	Obróbka liści	Obróbka gleby
H	CH ₃	CH ₃	7,4	4,0
CH ₃	CH ₃	CH ₃	7,9	6,4
C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	7,7	4,3
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	7,6	6,2
C ₄ H ₉ -n	CH ₃	CH ₃	7,1	2,3
H	CH ₃	C ₂ H ₅	7,4	5,0
CH ₃	CH ₃	C ₂ H ₅	7,9	3,9
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	8,2	5,4
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₂ H ₅	7,7	3,9
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	7,6	3,1
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,4	3,4
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,6	3,0
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,4	2,3
CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	7,4	4,6
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	7,4	4,9
C ₃ H ₇ -i	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	7,7	2,1
H	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,9	0,9
C ₂ H ₅				
(R ¹ oznacza C ₂ H ₅)	CH ₃	CH ₃	7,4	4,3
CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -i	7,0	1,3
CH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	CH ₃	7,4	4,6
(CH ₃) ₃ SCH ₃	CH ₃	CH ₃	6,9	1,1
(CH ₃) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	7,4	4,0
CH ₂ CH ₂ OH	CH ₃	CH ₃	7,0	0
OC ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	7,1	3,4
CH ₃	wzór 14		7,0	1,9
C ₂ H ₅	wzór 14		7,4	2,4
C ₃ H ₇ -i	wzór 14		6,7	1,3

Tablica IX
X = SC₂H₅, R¹ = H

R ²	R ³	R ⁴	Obróbka liści	Obróbka gleby
C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	7,7	4,1
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	7,4	2,6

21
Tablica Xa
X = OCH₃, R¹ = H

R ²	R ³	R ⁴	Obróbka liści	Obróbka gleby
H	CH ₃	CH ₃	7,4	6,0
CH ₃	CH ₃	CH ₃	7,6	6,6
C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	7,8	6,8
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	CH ₃	8,0	5,7
H	CH ₃	C ₂ H ₅	7,7	5,1
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	7,7	5,4
CH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,4	4,9
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	8,0	4,6
C ₃ H ₇ -i	CH ₃	C ₃ H ₇ -i	7,6	3,6
CH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	7,3	4,3
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	7,3	4,4
CH ₃	CH ₃	C ₆ H ₁₁ -n	6,6	2,6
C ₂ H ₅				
(R ¹ oznacza				
C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	7,4	4,3
(CH ₂) ₃ OCH ₃	CH ₃	CH ₃	6,9	4,0
(CH ₂) ₃ OC ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	7,0	3,1

Tablica Xb
X = OC₂H₅, R¹ = H

R ²	R ³	R ⁴	Obróbka liści	Obróbka gleby
C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	7,7	5,7
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	7,0	4,3
C ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	6,4	1,3
(X oznacza				
C ₂ H ₅)				

Tablica XI

Porównania ze związkami triazynowymi uprzednio znanymi.

Podstawniki w pierścieniu triazynowym w pozycji			Obróbka liści	Obróbka gleby
2	4	6		
Cl	-NHC ₂ H ₅	-NH(CH ₂) ₂ CN	2,4	2,0
Cl	-NHC ₃ H ₇ -i	-NH(CH ₂) ₂ CN	4,1	1,0
N ₃	-SCH ₃	-NH(CH ₂) ₂ CN	2,9	1,0
Cl	-NHC ₂ H ₅	-NHC ₂ H ₅	3,6	3,3
Cl	-NHC ₂ H ₅	-NHC ₃ H ₇ -i	5,9	4,1

Przykład XVI. W celu zbadania rozkładalności w glebie związków stanowiących substancję czynną środka według wynalazku stosuje się następujące postępowanie:

Wysuszony na powietrzu gliniasty piasek doprowadza się do zawartości 20% wilgotności. Do każ-

dych 2 kg tego materiału wprowadza się roztwory substancji aktywnych w 5 ml acetonu to znaczy w stężeniu 0,3 kg/ha. Materiał przechowuje się w przykrytych zbiornikach z tworzywa sztucznego w stałej temperaturze 21°C. W danych odstępach czasu próbki wyjmują się i umieszcza w wazonach, do których przesadza się sadzonki buraka cukrowego. Wazon podlewa się od dołu i utrzymuje się w szklarni w temperaturze 21°C. Fitotoksyczność oznacza się w tydzień po przesadzeniu. Zniszczenie roślin w procentach wykazano w poniższej tablicy, przy czym podstawniki odnoszą się do wzoru 1.

Tablica XII

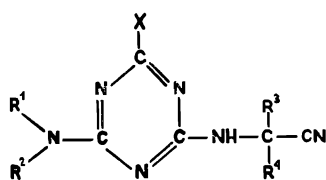
Podstawniki w pierścieniu triazynowym w pozycji			Zniszczenie roślin w % po tygodniach					
2	4	6	0	1	2	3	4	
Cl	NHC ₂ H ₅	NHC(CH ₃) ₂ CN	95	—	75	30	5	
Cl	NHCH ₃	NHC(CH ₃) ₂ CN	95	—	—	—	5	
Cl	NHC ₃ H ₇ -i	NHC(CH ₃) ₂ CN	95	—	—	—	70	
25 CH ₃ S	NHC ₂ H ₅	wzór 14	95	—	—	—	5	
Cl	NHC ₂ H ₅	NHC ₃ H ₇ -i	95	95	95	95	95	

Zastrzeżenia patentowe

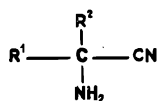
1. Środek do regulacji wzrostu roślin, zwłaszcza do zwalczania chwastów, **znamienny tym**, że jako składnik czynny zawiera s-triazynę o wzorze ogólnym 1, w którym X oznacza atom chlorowca, korzystnie chloru, niższą grupą alkoksylową, niższą grupę alkilomerkapto, grupę -N₃ lub grupę -NR¹R², w której R¹ i R² są takie same lub różne i oznaczają atom wodoru lub niższy prosty lub rozgałęziony rodnik alkilowy lub alkenylovowy dowolnie podstawiony przez rodnik fenylovowy lub grupy -OH, -CN, -OR lub -SR w których R oznacza niższy rodnik alkilowy, zaś R³ i R⁴ są takie same lub różne i oznaczają prosty lub rozgałęziony rodnik alkilowy, alkenylovowy lub aralkilowy o łącznej ilości 1—8 atomów węgla, oraz mogą tworzyć wspólnie z łączącym atomem węgla pierścień 5—7 członowy, ewentualnie w połączeniu ze znanymi rozpuszczalnikami organicznymi, nośnikami, środkami zwilżającymi, emulgującymi oraz stabilizującymi.

2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako rozpuszczalnik organiczny zawiera alkohole, ketony, węglowodory, chlorowcowane węglowodory, oleje mineralne i roślinne lub mieszaniny dwóch lub więcej wymienionych rozpuszczalników.

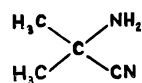
3. Środek według zastrz. 1—2, **znamienny tym**, że jako stały nośnik zawiera glinę, kaolin, ziemię okrzemkową, bentonit, talk, drobnoziarnisty węgiel wapnia, węgiel drzewny lub mączka drzewna.



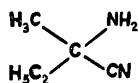
Wzór 1



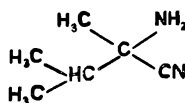
Wzór 2



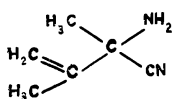
Wzór 3



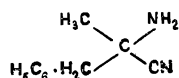
Wzór 4



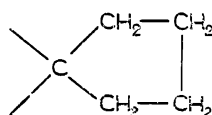
Wzór 5



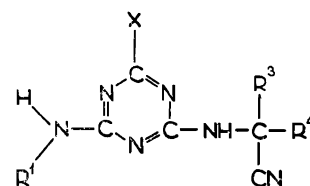
Wzór 6



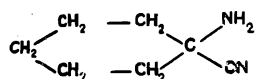
Wzór 7



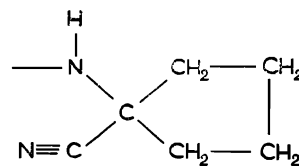
Wzór 11



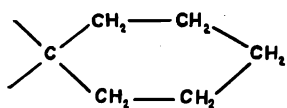
Wzór 12



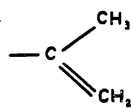
Wzór 8



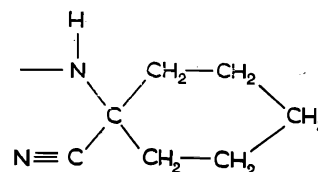
Wzór 13



Wzór 9



Wzór 10



Wzór 14