



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

**Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării**

(21) Nr. cerere: **94-01092**

(22) Data de depozit: **23.06.1994**

(30) Prioritate: **25.06.1993 GB 9313210.8;**

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.11.2001 BOPI nr. **11/2001**

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 115584; US 4900676; 5089046

(71) Solicitant: **SANDOZ AG., BASLE, CH;**

(73) Titular: **NOVARTIS A.G., BASEL, CH;**

(72) Inventatori: **QUAGHEBEUR THEO, SAINT-SYMPHORIEN, BE; VAN LOOCKE WALTER, MEETKERKE, BE;**

(74) Mandatar: **S.C. ROMINVENT S.A., BUCUREȘTI;**

(54) **COMPOZIȚIE ERBICIDĂ ȘI METODĂ PENTRU CONTROLUL
CREȘTERII PLANTELOR NEDORITE**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la o metodă pentru controlul creșterii plantelor nedorite, a buruienilor mono- și dicotiledonate, din culturile de porumb. Compoziția conform invenției este constituită din 0,01...90 % agent activ, alcătuit cel puțin dintr-un component erbicid cloracetamidic și cel puțin dintr-un component erbicid tricetonic și, în rest, un surfactant uzual, procente fiind exprimate în greutate.

Metoda conform invenției constă în co-aplicarea, la locul de creștere a unor plante nedorite, a unei doze de 0,1...0,4 kg/ha de component erbicid cloracetamidic și a unei doze de 0,01...2 kg/ha de compus erbicid tricetonic, precum și a unui component erbicid suplimentar.

Revendicări: 7

RO 117138 B1



Invenția se referă la o compoziție și la o metodă pentru controlul creșterii plantelor nedorite, a buruienilor mono- și dicotiledonate din culturile de porumb.

Se cunosc cloracetamide cu acțiune erbicidă și anume, Acetoclor (HARNES[®]), cu formula chimică 2-clor-N-(etoximetil)-N-(2-etil-6-metilfenil)-acetamida, Metolaclor (DUAL[®]), cu formula 2-clor-6-etil-N-(2-metoxi-1-metiletil)-acet-o-toluidida și Metazaclor (BUTISAN[®]), cu formula 2-clor-N-(pirazol-1-ilmetil)acet-2'-6'-xilidida.

În brevetele, **EP-A-338992**, **EP-A-336898**, **US-4869748**, **EP-A-186118**, **EP-A-186119**, **EP-A-186120**, **US-4695673**, **US-4921526**, **US-5006150**, **US-5089046**, **EP-A-249150**, **EP-A-137963**, **EP-A-394889** sau **EP-A-506907** se descriu tricetone cu acțiune erbicidă și anume: Sulcotrionă (MIKADO[®]), cu formula chimică 2-(2-clor-4-metansulfonilbenzoil)-1,3-ciclohexandionă, 2-(4-metilsulfoniloxi-2-nitrobenzoil)-4,4,6,6-tetrametil-1,3-ciclohexadionă, 3-(4-metilsulfoniloxi)-3-nitrobenzoil-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 3-(4-metilsulfonil-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 4-(2-nitro-4-trifluorometoxibenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H,6H)-diona.

Invenția se referă și la o metodă pentru combaterea sau controlul creșterii plantelor nedorite, care constă în aplicarea la locul de combatere a unei cantități eficiente, din punct de vedere erbicid, sau ca regulator de creștere a unei compoziții constituite, din cel puțin o cloracetamidă și cel puțin o tricetonă.

Compoziția erbicidă, conform invenției, constă în aceea că este constituită din 0,01...90% agent activ alcătuit, cel puțin, dintr-un component erbicid cloracetamidic și, cel puțin, dintr-un component erbicid tricetonic și în rest, un surfactant uzual, procentele fiind exprimate în greutate. Componentul erbicid cloracetamidic este ales dintre, 2-clor-N-(etoximetil)-N-(2-etil-6-metilfenil)-acetamidă, 2-clor-6-etil-N-(2-metoxi-1-metiletil)-acet-o-toluidină și 2-clor-N-(pirazol-1-ilmetil)acet-2',6'-xilididă. Componentul erbicid tricetonic este ales dintre, 4-(4-clor-2-nitrobenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H,6H) dionă și 2-(2-clor-4-metansulfonilbenzoil)-1,3-ciclohexandionă, 2-(4-metilsulfoniloxi-2-nitrobenzoil)-4,4,6,6-tetrametil-1,3-ciclohexadionă, 3-(4-metilsulfoniloxi)-3-nitrobenzoil-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 3-(4-metilsulfonil-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1,/octan-2,4-dionă, 3-(4-metiltio-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 4-(2-nitro-4-trifluorometoxibenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H,6H)-dionă.

Metoda, conform invenției, constă în utilizarea unei compoziții erbicide prin co-aplicarea la locul de creștere a unor plante nedorite a unei doze, de 0,1...4 kg/ha, de component erbicid cloracetamidic și a unei doze, de 0,01...2 kg/ha, de compus erbicid tricetonic.

Se administrează 2-clor-N-(etoximetil)-N-(2-etil-6-metilfenil)-acetamidă și 2-(2-clor-4-metansulfonilbenzoil)-1,3-ciclohexandionă, 2-(4-metilsulfoniloxi-2-nitrobenzoil)-4,4,6,6-tetrametil-1,3-ciclohexadionă, 3-(4-metilsulfoniloxi)-3-nitrobenzoil-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 3-(4-metilsulfonil-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1,/octan-2,4-dionă, 3-(4-metiltio-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 4-(2-nitro-4-trifluorometoxibenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H,6H)-dionă.

Se administrează 2-clor-6-etil-N-(2-metoxi-1-metiletil)-acet-o-toluidină și 2-(2-clor-4-metansulfonilbenzoil)-1,3-ciclohexandionă, 2-(4-metilsulfoniloxi-2-nitrobenzoil)-4,4,6,6-tetrametil-1,3-ciclohexadionă, 3-(4-metilsulfoniloxi)-3-nitrobenzoil-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 3-(4-metilsulfonil-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1,/octan-2,4-dionă, 3-(4-metiltio-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 4-(2-nitro-4-trifluorometoxibenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H,6H)-dionă. Se co-administrează 6-clor-N-etil-N-(1-metiletil)-1,3,5-triazin-2,4 diamină ca un component erbicid suplimentar.

Compoziția și metoda, conform invenției, prezintă avantajul că prin aplicarea, cel puțin, a unei cloracetamide și, cel puțin, a unei tricetone se obține un control de durată a creșterii plantelor nedorite. Acest efect sinergic se manifestă printr-un grad mai înalt de control a plantelor nedorite, la doze de co-aplicare mai mici decât dozele fiecărui compus individual pentru a obține același grad de control a plantelor nedorite. De asemenea, la orice doză de co-aplicare se obține un grad de control mai mare, decât efectul aditiv obținut prin aplicarea compuşilor individuali la aceeași doză. În unele cazuri are loc o creștere a vitezei de acțiune și a nivelului de control, astfel putând fi controlate buruieni care nu sunt controlate de către componentii individuali. 50 55

Prin utilizarea compoziției erbicide de cloracetamidă și tricetonă, precum și a metodei, conform invenției, se obține un efect sinergic și ecologic. Co-aplicarea combinației cloracetamidă și tricetonă, conform invenției, este adecvată pentru culturile de monocotiledonate cum ar fi, porumb și orez. Aplicarea în culturile de porumb infestate cu buruieni monocotiledonate și dicotiledonate este cea mai avantajoasă, pentru că nu sunt mărite efectele dăunătoare asupra plantelor de cultură. Compoziția erbicidă poate fi aplicată, atât pre, cât și post emergent pe buruieni. În culturile de porumb compoziția, conform invenției, se aplică după apariția lăstarilor. 60 65

Dozele de aplicare depind de condițiile climaterice, de anotimp, ecologia solului, de buruienile care trebuie combătute. Rezultate bune se obțin la doze de cloracetamidă, de 0,1 până la 4 kg/ha, de preferință, de la 0,5 la 3,5 kg/ha, în special, de la 1,5 la 3 kg/ha în co-aplicare cu doze de tricetonă care sunt semnificativ mai scăzute, decât atunci când se folosește compusul singur, și anume de 0,01 la 2 kg/ha, de preferință, de la 0,1 la 1 kg/ha, în special de la 0,1 la 0,6 kg/ha. De exemplu, dozele de aplicare a componentului cloracetamidic este, de 0,9 la 3,4 kg/ha, pentru Acetoclor, 1,4 la 3,4 kg/ha, pentru Metolaclor și 0,75 la 1,5 kg/ha, pentru Metazaclor. Doza de aplicare pentru Sulcotrion ca, component pentru co-aplicare, este, de 0,15 la 0,45 kg/ha. 70 75

Utilizările pentru aplicări pre- sau post-emergente și selectivitatea depind de componentii pentru co-aplicare.

Compozițiile erbicide, conform invenției, conțin substanțe active în asociere cu diluanți acceptabili în agricultură. Ele pot fi folosite, fie sub formă solidă, fie sub formă lichidă, adică sub formă de pulberi umectabile sau concentrate emulsionabile, incorporând diluanți convenționali. Aceste compoziții pot fi obținute prin amestecarea ingredientului activ cu un diluant și eventual și cu alte ingrediente, cum ar fi, agenți de suprafață și uleiuri. 80

Ca diluant poate fi folosit orice lichid sau solid acceptabil în agricultură și care poate fi adăugat la componentul activ în vederea obținerii unei compoziții mai ușor aplicabile sau pentru a obține o diluție utilizabilă a ingredientelor active. Astfel de diluanți pot fi: talc, caolin, pământ de diatomee, xilen, uleiuri nefitotoxice sau apă. 85

Compozițiile, conform invenției, pot fi aplicate prin pulverizare, cum ar fi, de exemplu, concentratele dispersabile în apă sau pulberile umectabile, pot conține agenți de suprafață, cum ar fi, agenți de dispersare și de umectare, de exemplu, produsul de condensare al formalhidei cu naftalensulfonatul, un alchilarilsulfonat, lignin-sulfonat, alchilsulfat gras, alchilfeol etoxilat sau alcool gras etoxilat. 90

În general, compozițiile, conform invenției, cuprind, de la 0,01 la 90% în greutate, agent activ și, de la 0 la 20% în greutate, un surfactant acceptabil în agricultură,

95 agentul activ constând din cel puțin o cloracetamidă și cel puțin o tricetonă. Formele concentrate ale compoziției conțin, între 2 și 90%, de preferință, între 5 și 80% în greutate, agent activ. Formele de aplicare pot conține de exemplu, de la 0,01 la 20% în greutate agent activ.

100 În compoziția, conform invenției, pot fi co-aplicați și alți compuși cu activitate biologică, cum ar fi, compuși cu activitate insecticidă sau fungicidă, sau fertilizanți cum ar fi, cei pe bază de amoniu.

105 Compoziția, conform prezentei invenții, poate include și un alt erbicid. Acesta este un erbicid triazinic, cum ar fi, de exemplu: atrazina, simazina, cianazina, prometon, ametrin, prometrin, hexazinona sau metribuzin. Se preferă atrazina, cu formula chimică: 6-clor-N-etil-N(1-metiletil)-1,3,5-triazin-2,4 diamină. Exemple de astfel de compoziții cu trei componente sunt: sulcotrion/acetoclor/atrazină sau sulcotrion/metolaclor/atrazină.

110 Modul preferat de aplicare este amestecul de tanc preparat prin adăugarea cloracetamidei într-un tanc conținând componentul tricetonic și agentul surfactant adecvat, sau invers, în funcție de componentul erbicid ales. Înainte de amestecare este recomandabil să se consulte eticheta având componentii compoziției și să se efectueze testul de compatibilitate înainte de amestecare.

În funcție de componentii co-aplicați se obține o activitate pre- și post-emergentă, atât pentru buruienile cu frunze late, cât și pentru cele de tipul ierbii.

115 Compozițiile erbicide preferate, conform invenției, sunt cele în care cloracetamida este aleasă dintre Acetoclor și Metolaclor.

120 Se preferă și compozițiile erbicide în care tricetona este aleasă dintre, 4-(4-clor-2-nitrobenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazină-3,5-(4H,6H)-dionă și Sulcotrion, preferat fiind Sulcotrionul. Compozițiile erbicide cele mai preferate sunt cele ale Sulcotrionului cu Acetoclor sau Metolaclor.

125 Rapoartele de amestecare și dozele de aplicare sunt determinate de condițiile de sol, cultură și climatice. Un exemplu de doze de co-aplicare este constituit, din 0,9 la 3,4 kg/ha Acetoclor sau 1,4 la 3,4 kg/ha Metolaclor și 0,15 la 0,45 kg/ha Sulcotrion. Raportul între Sulcotrion și Acetoclor este cuprins, între 1: 2 și 1: 25, în greutate, și între Sulcotrion și Metolaclor este cuprins, între 1:3 și 1:25.

Selectivitatea culturilor depinde de componente. Cea mai bună selectivitate se obține utilizând compoziția și metoda, conform invenției, pentru culturile de porumb și soia.

Test biologic

130 Ingredientele active s-au cântărit și s-au dizolvat într-o soluție formată din acetonă:apă distilată, 1:1, și 0,5% amestec adjuvant format din surfactanții SPAN[®]20:TWEEN[®] 85, 1:1:1. Din această soluție se prepară diluțiile necesare pentru soluțiile de pulverizare conținând doze unice de ingrediente active individuale sau combinați. Fiecare doză este aplicată cu un pulverizator care pulverizează o cantitate, de 135 600 l/ha, pe frunzele speciilor de buruieni selectate, prin aplicare post-emergentă. Pentru fiecare plantă se înregistrează stadiul de evoluție la care se face aplicarea. După aplicare, plantele sunt transferate într-o seră și menținute până la terminarea experimentului, adică patru săptămâni. Simptomele vătămării sunt înregistrate, după 140 2 și 10 zile de la aplicare. Evaluarea procentuală a controlului buruienilor se face, la 19 zile după aplicarea post-emergentă.

RO 117138 B1

Co-aplicarea cloracetamidei cu tricetonă produce un efect îmbunătățit comparativ cu aplicarea fiecărui ingredient individual.

Se obțin următoarele rezultate:

Erbicid și buruieni	Doză (g IA/ha)		Fitotoxicitate, %		
	Sulcotrion	Acetamidă	Sulcotrion	Acetamidă	Combinație
METOLACLOR <i>Abutilon theophrasti</i>	100	750	80	10	95
	100	1500	80	0	100
<i>Amaranthus retroflexus</i>	100	1500	50	20	80
	200	1500	60	20	90
<i>Avena fatua</i>	50	375	0	0	20
	100	375	0	0	20
	200	375	30	0	60
ACETOCLOR <i>Abutilon theophrasti</i>	100	500	100	0	98
	100	1000	100	0	98
<i>Amaranthus retroflexus</i>	50	1000	40	20	70
	100	1000	70	20	80
— <i>Avena fatua</i>	50	1000	10	80	100
	100	1000	40	80	100
	200	1000	20	80	95

La concentrațiile testate combinația de Sulcotrion cu Metolaclor sau Acetoclor prezintă un efect erbicid sinergic.

Teste de câmp

a) Suprafețe mici de culturi de porumb infestate cu buruieni cu frunze late și cu iarbă se pulverizează cu un amestec de tanc format dintr-o suspensie de Acetoclor și Sulcotrion. Stadiul de evoluție este observat la buruienile de tipul ierbii de "creștere completă" și de "a 8-a frunză" la buruienile cu frunza lată. Lungimea suprafeței de cultură este, de 8 m și lățimea, de 3 m. Se aplică doze de 0,96 kg/ha Acetoclor și 0,21 kg/ha Sulcotrion. Eficiența tratamentului se evaluează, după 30 până la 50 zile, atât din punct de vedere al controlului buruienilor, cât și al toleranței culturilor.

Poziția A

Cultură: Porumb *sanguinalis*: 50 plante/m²

Solanum nigrum: 50 plante/m²

180	Tratament	g lA/ha	Control al buruienilor după 45 zile de la aplicare	Efect aditiv așteptat	Efect sinergetic
	Sulcotrion	210	20%	-	-
	Acetoclor	960	0%	-	-
185	Acetoclor-Sulcotrion	960+210	50%	20%	+30%

Nu s-a observat nici o vătămare a plantelor de cultură.

Poziția B

Cultură: Porumb, varietatea Santana

Buruieni: *Echinochloa crus galli*: 25 plante/m²

Digitaria sanguinalis: 6 plante/m²

190	Tratament	g lA/ha	Control la buruienilor după 30 zile de la aplicare	Efect aditiv așteptat	Efect sinergetic
	Sulcotrion	210	20%	-	-
195	Acetoclor	960	0%	-	-
	Acetoclor-Sulcotrion	960+210	55%	20%	35%

b) Suprafețe mici de cultură de porumb infestată cu *Echinochloa crus galli* și *Solanum nigrum* s-au pulverizat, un amestec format dintr-o suspensie de Metolaclor, Atrazină și Sulcotrion. Etapa de tratare a buruienilor este de "a 4-a frunză" pentru *Echinochloa crus galli* și de "a 8-10-a frunză" pentru *Solanum nigrum*. Mărimea suprafeței a fost, de 8 m lungime și, de 3 m lățime. Dozele de aplicare sunt de 1,60 kg/ha Metolaclor, 0,75 kg/ha Atrazină și de 0,15 kg/ha Sulcotrion. La 14 zile după tratament s-a evaluat eficacitatea, atât din punct de vedere al controlului buruienilor, cât și din punct de vedere al toleranței culturii.

Rezultatele sunt următoarele:

Cultură: Porumb

Buruieni: *Echinochloa crus galli*: etapa de a 4-a frunză

Solanum nigrum: etapa de 8-10 frunze.

Eficiența la 14 zile după aplicare se exprimă procentual.

210	g lA/ha		<i>Solanum nigrum</i>	<i>Echinochloa c.g</i>
	Sulcotrion	360	81%	46%
215	Sulcotrion+	150	76%	43%
	Atrazină	750		
	Sulcotrion+	150	100%	96%
	Atrazină+	750		
	Metolaclor	1600		

Nu s-a observat nici un efect dăunător asupra plantelor de cultură.

Revendicări

1. Compoziție erbicidă cuprinzând un agent activ și un surfactant acceptabil pentru agricultură, **caracterizată prin aceea că** este constituită, din 0,01...90% agent activ alcătuit cel puțin dintr-un component erbicid cloracetamidic și cel puțin dintr-un component erbicid tricetoncic și în rest un surfactant uzual, procenteile fiind exprimate în greutate. 225
2. Compoziție, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că**, componentul erbicid cloracetamidic este ales, dintre 2-clor-N-(etoximetil)-N-(2-etil-6-metilfenil)-acetamidă, 2-clor-6-etil-N-(2-metoxi-1-metiletil)-acet-o-toluidină și 2-clor-N-(pirazol-1-ilmetil)acet-2',6'-xilidă. 230
3. Compoziție, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că**, componentul erbicid tricetoncic este ales dintre, 4-(4-clor-2-nitrobenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5-(4H, 6H) dionă și 2-(2-clor-4-metansulfonilbenzoil)-1,3ciclohexandionă, 2-(4-metilsulfoniloxi-2-nitrobenzoil)-4,4,6,6-tetrametil-1,3ciclohexadionă, 3-(4-metilsulfoniloxi-3-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 3-(4-metilsulfonil-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1,/octan-2,4-dionă, 3-(4-metiltio-2-nitrobenzoil)-biciclo/3,2,1/octan-2,4-dionă, 4-(2-nitro-4-trifluorometoxibenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H, 6H)-dionă. 235
4. Metodă pentru controlul creșterii plantelor nedorite, **caracterizată prin aceea că**, cuprinde utilizarea unei compoziții erbicide, definite în revendicările 1...3, prin co-aplicarea la locul de creștere a unor plante nedorite a unei doze, de 0,1....4 kg/ha de component erbicid cloracetamidic și a unei doze, de 0,01...2 kg/ha de compus erbicid tricetoncic. 240
5. Metodă, conform revendicării 4, **caracterizată prin aceea că** se administrează 2-clor-N-(etoximetil)-N-(2-etil-6-metilfenil)-acetamidă și 2-(2-clor-4-metansulfonilbenzoil)-1,3ciclohexandionă, 2-(4-metilsulfoniloxi-2-nitrobenzoil)-4,4,6,6-tetrametil-1,3ciclohexadionă, 3-(4-metilsulfoniloxi-3-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 3-(4-metilsulfonil-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1,/octan-2,4-dionă, 3-(4-metiltio-2-nitrobenzoil)-biciclo/3,2,1/octan-2,4-dionă, 4-(2-nitro-4-trifluorometoxibenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H, 6H)-dionă. 245
6. Metodă, conform revendicării 4, **caracterizată prin aceea că** se administrează 2-clor-6-etil-N-(2-metoxi-1-metiletil)-acet-o-toluidină și 2-(2-clor-4-metansulfonilbenzoil)-1,3ciclohexandionă, 2-(4-metilsulfoniloxi-2-nitrobenzoil)-4,4,6,6-tetrametil-1,3ciclohexadionă, 3-(4-metilsulfoniloxi-3-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1/octan-2,4-dionă, 3-(4-metilsulfonil-2-nitrobenzoil)-biciclo-/3,2,1,/octan-2,4-dionă, 3-(4-metiltio-2-nitrobenzoil)-biciclo/3,2,1/octan-2,4-dionă, 4-(2-nitro-4-trifluorometoxibenzoil)-2,6,6-trimetil-2H-1,2-oxazin-3,5(4H, 6H)-dionă. 250
7. Metodă, conform revendicărilor 4...6, **caracterizată prin aceea că** se co-administrează 6-clor-N-etil-N'(1-metiletil)-1,3,5-triazin-2,4 diamină ca un component erbicid suplimentar. 255

Președintele comisiei de invenții: **ing. Florea Stela**

Examinator: **ing. Bondar Elena**

