

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

63141

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 45 I, 19/02

Zgłoszono: 25.I.1968 (P 124 903)

Pierwszeństwo: 28.I.1967 Niemiecka
Republika
Federalna

MKP A 01 n, 9/20

Opublikowano: 10.VII.1971

UKD

Współtwórcy wynalazku: Werner Schäfer, Klaus Sasse, Ludwig Eue,
Helmuth HackWłaściciel patentu: Farbenfabriken Bayer AG, Leverkusen (Niemiecka
Republika Federalna)

Środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy oparty na nowym anilidzie kwasu karboksylowego.

Wiadomo np. z belgijskiego opisu patentowego nr 650 181, że 3-trójfluorometylo-4-chloroanilid kwasu propionowego o wzorze 3 można stosować jako substancję czynną środków do zwalczania chwastów. Obecnie stwierdzono, że nowy anilid kwasu karboksylowego o wzorze 1 posiada silne właściwości chwastobójcze, znacznie silniejsze niż znany 3-trójfluorometylo-4-chloroanilid kwasu propionowego, jakkolwiek jego budowa chemiczna jest bardzo zbliżona do budowy związku o wzorze 1.

Ten nowy anilid kwasu propionowego można wytwarzać różnymi sposobami. W szczególnie łatwy i korzystny sposób otrzymuje się go, gdy podaje się reakcji wymiany 3-chloro-4-trójfluorometyloanilinę o wzorze 2 albo z bezwodnikiem kwasu propionowego ewentualnie w obecności środka rozcieńczającego, albo z halogenkiem kwasu propionowego w obecności środka wiążącego kwasy i w obecności środka rozcieńczającego, albo z kwasem propionowym w obecności środka rozcieńczającego.

W przypadku stosowania bezwodnika kwasu propionowego jako środek rozcieńczający można stosować, albo znaczny nadmiar bezwodnika kwasu propionowego, lub obojętny rozpuszczalnik organiczny taki jak benzen, toluen lub ksylen.

2

Temperaturę reakcji można zmieniać w szerokim zakresie. Ogólnie biorąc proces odbywa się w temperaturze 50—150°C. Następnie z mieszaniny poreakcyjnej odparowuje się lotne składniki.

Przy reakcji z halogenkiem kwasu propionowego stosuje się korzystnie chlorek kwasu propionowego, a jako środek rozcieńczający benzynę, benzen i toluen. Do związania kwasów mogą być użyte normalnie stosowane środki a więc wodorotlenki metali alkalicznych, takie jak wodorotlenek sodowy i wodorotlenek potasowy, węglany metali alkalicznych, takie jak węglan sodowy i węglan potasowy, jak i organiczne zasady trzeciorzędowe, takie jak pirydyna, dwumetyloanilina, sześciowodorodwumetyloanilina i trójetyloamina.

Temperatury reakcji mogą być zmieniane w szerokim zakresie, 50—150°C. Następnie z mieszaniny poreakcyjnej uzyskuje się produkt w znany sposób, na przykład przez wymycie wodą utworzonych soli i odparowanie otrzymanego organicznego roztworu.

W przypadku otrzymywania związku o wzorze 1 przy użyciu kwasu propionowego konieczne jest, aby woda powstająca podczas reakcji była na bieżąco usuwana. Można to łatwo osiągnąć, gdy zastosuje się środek rozcieńczający, który z wodą tworzy mieszaninę azeotropową i oddestylowuje się na bieżąco tę utworzoną mieszaninę azeotropową.

Jako środki rozcieńczające bierze się pod uwagę głównie benzen, toluen i ksilen. Reakcję wymiany prowadzi się korzystnie przy wrzeniu mieszaniny reakcyjnej, to jest w temperaturze 80—130°C. Z mieszaniny poreakcyjnej uzyskuje się produkt w znany sposób, na przykład przez odparowanie lotnych składników.

Anilid kwasu karboksylowego wykazuje silne właściwości chwastobójcze i dlatego może być stosowany do zwalczania chwastów. Pod pojęciem chwastów w najszerszym tego słowa znaczeniu należy rozumieć wszystkie rośliny, wyrastające w miejscach, gdzie są niepożądane. Zależnie od zastosowanej ilości substancji czynnej środka według wynalazku działa on jako środek chwastobójczy totalny lub selektywny.

Środek według wynalazku może być na przykład stosowany na następujące rośliny: dikotyle, takie jak sinapis, lepidium, galium, stellaria, matricaria, galinsoga, chenopodium, urtica, senecio, gossypium, beta, daucus, phaseolus, solanum, coffea; monokotyle takie jak phleum poa, festuca, eleusine, setaria, lolium, bromus echinocloa, zea, oryza, avena, hordeum triticum, panicum, sacccharum.

Środek według wynalazku może być w różnych postaciach takich jak roztwory, emulsje, zawiesiny, proszki, pasty i granulki. Wytwarza się je w znany sposób, na przykład przez zmieszanie substancji czynnej z wypełniaczami nieaktywnymi, a więc rozpuszczalnikami płynnymi i/lub stałymi nośnikami, ewentualnie przy zastosowaniu środków powierzchniowo czynnych na przykład emulgatorów i/lub środków dyspergujących.

W przypadku stosowania wody jako rozcieńczalnika mogą być użyte na przykład również rozpuszczalniki organiczne jako pomocnicze środki rozpuszczające. Jako płynne rozpuszczalniki stosuje się węglowodory aromatyczne takie jak ksilen i benzen; chlorowane węglowodory takie jak chlorobenzeny; parafiny takie jak frakcje ropy naftowej; alkohole takie jak metanol i butanol; silnie polarne rozpuszczalniki takie jak dwumetyloformamid i sulfotlenek metylowy jak i woda.

Jako nośniki stałe bierze się pod uwagę: naturalne maki skalne takie jak kaoliny, gliny, proszek talkowy i kreda oraz syntetyczne mączki takie jak wysoko zdyspergowany kwas krzemowy i silikaty. Jako emulgatory stosuje się emulgatory niejonowe oraz anionotwórcze takie jak estry kwasów polioksyetyleno-tłuszczowych, estery kwasów polioksyetyleno-tłuszczowych, na przykład eter alkilarylopoliglikolowy, sulfoniany alkilowe i sulfoniany aryłowe, a jako środki dyspergujące na przykład lignina, ługi posiarczynowe i metyloceluloza.

Środek według wynalazku może również zawierać substancję czynną w mieszaninie z innymi znanymi substancjami biologicznie czynnymi.

Zestawy zawierają zazwyczaj 0,1—95% wagowych substancji czynnej, zwłaszcza 0,5—90% wagowych.

Substancja czynna środka według wynalazku może być stosowana sama lub w postaci zestawów takich jak gotowe do użycia roztwory, emulsje,

zawiesiny, proszki, pasty i granulki. Stosuje się ją w normalnie przyjęty sposób, na przykład przez natryskiwanie, rozpryskiwanie, rozsiewanie, rozpylanie lub wylewanie.

Środek według wynalazku może być stosowany przed wschodami lub też po wschodach. Szczególnie korzystne jest zwalczanie chwastów we wczesnym okresie rozwoju. Stężenie substancji czynnej w stosowanym środku może zmieniać się w szerokich granicach 0,005—0,5% wagowych.

Przykład I. Otrzymywanie związku o wzorze 1. Do 29,7 g 3-chloro-4-trójfliuorometyloaniliny w 100 ml toluenu wkrapla się w ciągu 5 minut, w temperaturze 50°C 22 ml (1,1 równowaznika) bezwodnika kwasu propionowego. Temperatura podnosi się przy tym z 50°C do 60°C. Następnie podgrzewa się jeszcze przez 2 godziny do temperatury 90—100°C i oddestylowuje kwas propionowy i toluen w próżni. Pozostałość krystaliczną przekształca się z cykloheksanu i przemawia bezbarwne krzysztale eterem naftowym. Temperatura topnienia uzyskanego 3-chloro-4-trójfliuorometylenoanilidu kwasu propionowego wynosi 95—97°C, wydajność 30 g.

Przykład II. Próba po wschodach. Rozpuszczalnik: 5 części wagowych acetonu, emulgator: 1 część wagowa eteru alkilarylopoliglikolowego.

Celem przygotowania roztworu do traktowania roślin miesza się 1 część wagową związku o wzorze 1 lub 3 z podaną ilością rozpuszczalnika, dodaje podaną ilość emulgatora i następnie rozcieńcza koncentrat wodą do pożądanego stężenia.

Tak sporządzonym roztworem substancji czynnej spryskuje się rośliny próbne, które mają wysokość 5—15 cm tak aby były nawilgocone podobnie jak od rosy. Po trzech tygodniach ustala się stopień uszkodzenia roślin i oznacza go liczbami od 0 do 5, które określają: 0 — brak oddziaływania, 1 — pojedyncze lekkie plamy spalania, 2 — wyraźne uszkodzenie liści, 3 — pojedyncze liście i części gałązek częściowo obumarłe, 4 — roślina częściowo zniszczona, 5 — roślina całkowicie obumarła.

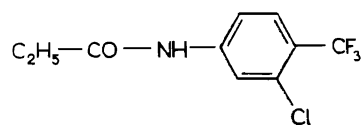
Stosowane substancje czynne, stężenie tych substancji i uzyskane wyniki zestawione są w tablicy.

Próba po wschodzie

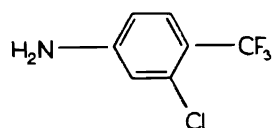
Substancja czynna	Substancja biologicznie czynna o stężeniu %	Rośliny badane				
		Echinochloa	Sinapis	Galinsoga	Stellaria	Urtica
o wzorze 3	0,1	3	5	1	1	4—5
	0,05	3	4	0	0	4—5
o wzorze 1	0,1	5	5	5	5	5
	0,05	5	5	4	5	5

Zastrzeżenie patentowe

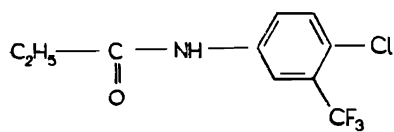
Środek do zwalczania chwastów, **znamienny** tym, że jako substancję czynną zawiera 3-chloro-4-trójfliuorometyloanilid kwasu propionowego.



WZÓR 1



WZÓR 2



WZÓR 3