

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

63440

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 12.XII.1967 (P 124 049)

Pierwszeństwo: 22.XII.1966 dla zastrz. 2—4
Niemiecka
Republika
Federalna

Opublikowano: 5.VIII.1971

Kl. 45 1, 9/02

MKP A 01 n, 9/02

UKD 632.951.
.2:547Właściciel patentu: E. Merck Aktiengesellschaft, Darmstadt (Niemiecka
Republika Federalna)

Środek grzybobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek grzybobójczy.

Stwierdzono, że działanie grzybobójcze mieszaniny zawierającej ewentualnie podstawioną w rodniku fenylowym grupą nitrową 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydynę oraz N-trójchlorometylocterowodoroftalimid lub N-trójchlorometyloftalimid albo N-/1,1,2,2-czterochloroetylotio/-cterowodoroftalimid jest silniejsza od sumarycznego działania pojedynczych jej składników, a także od działania pojedynczych składników, użytych w ilości równej ilości całej mieszaniny.

Środki grzybobójcze zawierające 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydynę, ewentualnie podstawioną w rodniku fenylowym grupą nitrową, są znane z opisu patentowego Niemieckiej Republiki Federalnej nr 1 182 896. W opisie tym zamieszczone są dane dotyczące wytwarzania podstawionych 4-fenylopirydyn, takich jak 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyna, 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-/p-nitrofenylo/-pirydyna oraz 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-/m-nitrofenylo/-pirydyna. Wspomniano w nim również, że tego rodzaju środki grzybobójcze mogą być stosowane w kombinacji z innymi środkami grzybobójczymi.

Znane są również ftalimidy podstawione przy azocie oraz cterowodoroftalimidy, na przykład z opisu patentowego Niemieckiej Republiki Federalnej nr 887 506 i z belgijskiego opisu patentowego nr 633 205, zaś mieszaniny tych związków

2

z innymi środkami grzybobójczymi są znane na przykład z opisu patentowego Niemieckiej Republiki Federalnej nr 1 098 279.

Na podstawie tych informacji nie można było jednak wywnioskować, że specjalna kombinacja 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, ewentualnie podstawionej w rodniku fenylowym grupą nitrową, z podanymi na wstępie podstawionymi przy azocie ftalimidami lub cterowodoroftalimidami w stosunku wagowym 5:95 do 95:5 będzie wykazywała tak szczególne właściwości.

Środek grzybobójczy według wynalazku jako składnik czynny zawiera mieszaninę, która w stosunku wagowym do całkowitej ilości czynnych składników środka zawiera 5—95% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, ewentualnie podstawionej w rodniku fenylowym grupą nitrową oraz 95—5% N-trójchlorometylocterowodoroftalimidu lub N-trójchlorometyloftalimidu albo N-/1, 1, 2, 2-czterochloroetylotio/-cterowodoroftalimidu. Korzystne działanie wykazuje zwłaszcza środek według wynalazku, który jako substancję czynną zawiera 5—95% wagowych 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny i 95—5% wagowych N-trójchlorometylocterowodoroftalimidu.

Szczególne działanie środka według wynalazku można wykazać na przykład na podstawie badania kiełkowania zarodników parchu jabłoniowego *Venturia inaequalis*. W badaniu tym określa się,

jakie ilości użytych środków hamują w 95% kiełkowanie konidiosporów grzyba. Odpowiednią dawkę substancji czynnej lub mieszaniny substancji czynnych określa się jako γ , to jest 10^{-6} g na 100 cm² badanej powierzchni. Badane związki nanosi się przy tym w postaci roztworu w acetonie na obojętne podkłady. Po wyparowaniu rozpuszczalnika na wysuszonych podkładach umieszcza się zawiesziny zarodników przeznaczonych do wykiełkowania. Średnia dawka śmiertelna w 95%, ustalona na podstawie 10 prób, wynosi na przykład:

dla N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu (A)	—	24 γ
dla 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny (B)	—	15 γ
dla mieszaniny 35% A i 65% B	—	12 γ
dla mieszaniny 80% A + 20% B	—	11 γ

Mieszaniny stanowiące substancję czynną środka według wynalazku wykazują jednak nie tylko działanie synergiczne, ale i znacznie zwiększoną trwałość, co daje szczególną korzyść w praktyce.

Wyniki podobne do wyżej podanych uzyskuje się, jeżeli jako podany wyżej związek A stosuje się N-trójjchlorometylotioftalimid lub N-/1,1,2,2-czterochloroetylotio/-czterowodoroftalimid.

Na przykład przy badaniu kiełkowania zarodników grzyba Botrytis cinerea dawki śmiertelne w 95% wynoszą:

dla N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu (A)	—	21 γ
dla 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny (B)	—	16 γ
dla mieszaniny 20% A + 80% B	—	14 γ
dla mieszaniny 80% A + 20% B	—	10 γ
dla N-trójjchlorometylotioftalimidu (C)	—	13 γ
dla 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny (B)	—	16 γ
dla mieszaniny 20% C + 80% B	—	10 γ
dla mieszaniny 80% C + 20% B	—	9 γ
dla N-/1,1,2,2-czterochloroetylotio/-czterowodoroftalimidu (D)	—	6 γ
dla 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny (B)	—	16 γ
dla mieszaniny 20% D + 80% B	—	5 γ
dla mieszaniny 80% D + 20% B	—	4 γ

Szczególnie dobre wyniki uzyskuje się, jeżeli substancja czynna środka według wynalazku składa się z podstawionych pirydyn zmieszanych z podstawionymi przy azocie ftalimidami lub czterowodoroftalimidami w stosunku 20:80 do 65:35. Na otwartych terenach korzystnie jest zwłaszcza stosować środki zawierające 40% składnika czynnego, a mianowicie około 15% N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu (związek A) oraz około 25% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny (związek B). Również środki zawierające 30% A i 10% B dają w praktyce bardzo dobre wyniki.

Środek grzybobójczy według wynalazku można stosować we wszystkich znanych postaciach środków grzybobójczych. Z dodatkiem zwykłych nośników i/lub wypełniaczy mogą mieć one na przykład postać środków do opryskiwania lub opylania, przy czym ewentualnie mogą one zawierać także

inne dodatki, jak np. substancje dyspergujące lub zwilżające. Środek według wynalazku można wytwarzać w postaci roztworów lub emulsji, które przy zastosowaniu odpowiednich dodatków mogą być rozpylane metodą aerozoluową. Jako rozpuszczalniki nadają się tu zwłaszcza węglowodory, takie jak benzyna, nafta, benzen, toluen, ksyleny, czterowodoronaftalen, dekalina lub ich mieszaniny. We wszystkich tych postaciach środek według wynalazku zawiera 1—95% wagowych substancji czynnej.

Środek według wynalazku może być korzystnie stosowany przy uprawie roślin. Szczególną jego zaletą jest bardzo szeroki zakres działania i trwałość tego działania. Środek według wynalazku został wypróbowany przy uprawie winorośli, w sadownictwie i ogrodnictwie, dając bardzo dobre wyniki.

Gotowe preparaty środka według wynalazku zawierają zazwyczaj 30—50% substancji czynnej i stosuje się je w ilościach odpowiadających stężeniom 0,03—2,0% w przeliczeniu na całkowitą zawartość substancji czynnej. Ogólnie biorąc, dobre wyniki uzyskuje się przy użyciu preparatów o stężeniu 0,1%.

Wynalazek jest wyjaśniony dokładniej w poniższych przykładach, w których procenty oznaczają procenty wagowe.

Przykład I. Otrzymywanie proszku zwilżalnego. 25% N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu, 15% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, 15% sproszkowanego ługu posiaraczynowego, 0,5% dwuaukilonaftalenosulfonianu oraz 44,5% glinki miele się dokładnie. Uzyskuje się proszek, który może być rozpryskiwany lub rozpylany w postaci zawiesiny wodnej.

Przykład II. Otrzymywanie proszku zwilżalnego. 30% N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu, 10% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, 8% N-metylooleotauridu oraz 52% glinki miele się aż do uzyskania dostatecznego rozdrobnienia. Rozcieńczając otrzymany proszek wodą, otrzymuje się emulsję o znacznym rozdrobnieniu składnika stałego, nadającą się do rozpylania i rozpryskiwania.

Przykład III. Otrzymywanie pyłu przyczepnego. 5% N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu, 1% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, 3% krzemionki, 5% chlorku magnezowego, 1% karboksymetylocelulozy oraz 85% talku miesza się lub miele starannie, uzyskując preparat do opylania.

Przykład IV. Otrzymywanie koncentratu do wytwarzania dyspersji. 30% N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu, 10% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, 3% eteru nonylofenolopoliglikolowego, 2% karboksymetylocelulozy, 1% krzemionki i 54% odmineralizowanej wody miesza się dokładnie. Otrzymuje się mieszaninę, którą można rozpryskiwać lub rozpylać.

Przykład V. Otrzymywanie proszku zwilżalnego. 25% N-trójjchlorometylotioczerowodoroftalimidu, 15% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4/p-nitrofenilo/-pirydyny, 15% sproszkowanego ługu posiaraczynowego, 0,5% dwuaukilonaftalenosulfonianu

i 44,5% glinki miele się starannie. Otrzymany proszek może być w postaci rozcieńczonej, wodnej zawiesiny rozpryskiwany lub rozpylany.

Przykład VI. Otrzymywanie proszku zwilżalnego. 30% N-trójjchlorometylotioftalimidu, 10% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, 18% sproszkowanego ługu posiarczynowego, 0,5% dwu-alkilonaftalenosulfonianu i 41,5% glinki miele się, otrzymując proszek, który przed użyciem rozcieńcza się wodą na 0,1%-ową papkę do rozpryskiwania.

Przykład VII. Otrzymywanie proszku zwilżalnego. 30% N-trójjchlorometylotioftalimidu, 10% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, 7,5% N-metylooleotauridu i 51,5% glinki miesza się do uzyskania drobnego proszku. Przez rozcieńczanie tego proszku wodą otrzymuje się emulsję, nadającą się do rozpryskiwania i rozpylania.

Przykład VIII. Otrzymywanie proszku zwilżalnego. 25% N-/1,1,2,2-czterochloroetylotio/-czterowodoroftalimidu, 15% 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, 18% sproszkowanego ługu posiarczynowego, 0,5% dwu-alkilonaftalenosulfonianu oraz 41,5% glinki miele się otrzymując proszek, który przed użyciem rozcieńcza się wodą tak, aby uzyskać gotową papkę do rozpylania, mającą żądane stężenie składników czynnych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek grzybobójczy, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera 5—95% wagowych, korzystnie 20—65% wagowych 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny, ewentualnie podstawionej w rodniku fenylowym grupą nitrową oraz 95—5% wagowych, korzystnie 80—35% wagowych N-trójjchlorometylotiocterowodoroftalimidu lub N-trójjchlorometylotioftalimidu albo N-/1,1,2,2-czterochloroetylotio/-czterowodoroftalimidu.

2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera 5—95% wagowych 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny i 95—5% wagowych N-trójjchlorometylotiocterowodoroftalimidu.

3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera 40% wagowych substancji czynnej, z czego 25% wagowych 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny i 15% wagowych N-trójjchlorometylotiocterowodoroftalimidu.

4. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera 40% wagowych substancji czynnej, z czego 10% wagowych 2,6-dwuchloro-3,5-dwucyjano-4-fenylopirydyny i 30% wagowych N-trójjchlorometylotiocterowodoroftalimidu.

Dokonano jednej poprawki

