

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

69048

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 451,9/20

Zgłoszono: 19.IV.1969 (P 136 034)

Pierwszeństwo: _____

MKP A01n 9/20

Opublikowano: 15.II.1974

Współtwórcy wynalazku: Akira Fujinami, Fukashi Horiuchi, Katsuji Nodera, Toshiaki Ozaki, Sigeo Yamamoto, Tadashi Oishi

Właściciel patentu: Sumitomo Chemical Company, Ltd., Osaka (Japonia)

Środek do zwalczania mikroorganizmów

1

Przedmiotem wynalazku jest środek do zwalczania mikroorganizmów, zawierający jako substancję czynną N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego.

W publikacji Chemical Abstract 57, 14947, 58, 888, 58, 4431 podano informacje dotyczące szeregu pochodnych N-fenyloimidu kwasu itakonowego, takich jak N-fenyloimid kwasu itakonowego, N-(2'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(3'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(4'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(2'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(3'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(4'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(3'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(4'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(2'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(4'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(2',5'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(2',6'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego, N-(2',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego oraz N-(2-nitro-4-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego. Wymienione wyżej związki nie działają jednak skutecznie jako środki bakteriobójcze.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego posiada wyjątkowo dużą aktywność antybakteryjną. Ponadto stwierdzono, że aktywny jest on nie tylko w stosunku do wielu różnych bakterii wywołujących choroby roślin, ale także w stosunku do grzybów i/lub pasożytów produktów przemysłowych, przy

2

czym aktywności takiej nie można się było spodziewać na podstawie danych o wszystkich innych wyżej wymienionych związkach. Stwierdzono szczególnie dużą aktywność grzybobójczą w stosunku do *Pyricularia oryzae*, *Cochliobolus miyabeanus*, *Pellicularia susakii*, *Sclerotinia* i *Apergillus niger*, występujących w produktach rolnych, ogrodniczych i przemysłowych oraz innych, w przypadku których występowanie wspomnianych grzybów stanowi ~~waż~~ki problem.

Dotychczas nie znano fungicydu o tak szerokim zakresie działania jak N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego. Związek ten nie wywiera żadnego szkodliwego wpływu na produkty rolne i ogrodnicze i nie zawiera szkodliwych w działaniu metali, takich jak rtęć, toteż jest wyjątkowo korzystny do stosowania w rolnictwie.

Środek według wynalazku zawiera N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego zmieszany z obojętnymi nośnikami i/lub innymi składnikami. Można też stosować wspomniany imid bez dodatków.

Środek według wynalazku można wytwarzać w każdej postaci stosowanej zwykle w preparatach grzybobójczych, na przykład w postaci pyłu, zwilżalnych proszków, koncentratów dających się emulgować, granulek itp. Można go też stosować w mieszaninie z innymi składnikami, takimi jak antybiotyki, chlorki organiczne, organiczne związki fosforu lub arsenu, siarczki organiczne i karbaminiany, jak na przykład blastocydyna S, kasugamycyna, tiofos-

foran, O,O-dwuetylo-S-benzylowy, dwutiofosforan O-etylo-S,S-dwufenyloowy, pięciochlorobenzaldoksym, tiofosforan O-butylo-S-benzylowy-S-etylowy, metyloarsenian żelaza, Zineb, Maneb, N-(3,5-dwuchlorofenylo)-imid kwasu maleinowego, N-(3,5-dwuchlorofenylo)-imid kwasu bursztynowego, fosforan O-etylo-O-(2,4,5-trójklorofenylo)-O-fenyloowy, 1-(N-n-butylokarbamilo)-2-metoksykarbonyloaminobenzimidazol. BHC, Malation, Dimetoat, EPN, NAC, Meobal i Sumithion. Środek ten może być również stosowany w mieszaninie z innymi środkami chemicznymi stosowanymi w rolnictwie, takimi jak herbicydy, nematocydy, mitycydy lub sztuczne nawozy.

Poniżej podano przykłady wyjaśniające bliżej sposób wytwarzania środka według wynalazku. Części podane w tych przykładach oznaczają części wagi.

Przykład I. W celu otrzymania środka w postaci pyłu o zawartości 3% składnika aktywnego, 3 części N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imidu kwasu itakonowego miesza się z 97 częściami gliny i sproszkowuje. Otrzymuje się środek gotowy do stosowania.

Przykład II. 50 części N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imidu kwasu itakonowego, 5 części środka zwilżającego typu alkilobenzenosulfonianu i 45 części ziemi okrzemkowej miesza się dokładnie i sproszkowuje. Otrzymuje się zwilżalny proszek zawierający 50% substancji czynnej. Proszek ten stosuje się po uprzednim rozcieńczeniu wodą.

Przykład III. 5 części N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imidu kwasu itakonowego, 5 części środka emulgującego typu oksyetylowanego alkilofenolu i 90 części dwumetylosulfotlenku miesza się, otrzymując 5% koncentrat, który stosuje się po uprzednim rozcieńczeniu wodą.

Przykład IV. Zapobiegawcze i niszczące działanie N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imidu kwasu itakonowego w stosunku do *Pyricularia oryzae* Cav. badano przy użyciu ryżu (odmiana Wase Osaki). Ryż uprawiano w naczyniach o średnicy 9 cm do momentu uzyskania 3 liści, następnie rośliny posypywano badanym środkiem w postaci pyłu, w ilości 100 mg na 1 naczynie, stosując rozpylacz dzwonowy. Następnego dnia zaszczepiano roślinom zarodniki *Pyricularia oryzae* Cav. Po pięciu dniach od zaszczepienia liczono plamki świadczące o postępującej chorobie. Wyniki przedstawiono w tablicy 1.

Tablica 1

Lp.	Nazwa związku	Stężenie składnika aktywnego %	Liczba plam chorobowych na 10 liści
1	N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	5
2	N-fenylimid kwasu itakonowego	3,0	108
3	N-(2'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	203

c.d. tablicy 1

Lp.	Nazwa związku	Stężenie składnika aktywnego %	Liczba plam chorobowych na 10 liści
4	N-(3'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	186
5	N-(4'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	191
6	N-(2'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	226
7	N-(3'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	237
8	N-(4'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	211
9	N-(3'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	199
10	N-(4'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	214
11	N-(2'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	356
12	N-(4'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	292
13	N-(2',5'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	237
14	N-(2',6'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	209
15	N-(2',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	105
16	N-(2'-nitro-4'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	3,0	256
17	Octan fenylortęciowy	0,29	18
18	Bez dodatku	—	382

Przykład V. Ryż (odmiana Wase Asahi) uprawiano w naczyniach o średnicy 9 cm do momentu uzyskania 4 liści. Następnie każdą roślinę spryskiwano środkami w postaci zwilżalnych proszków rozcieńczonych wodą w ilości 7 ml na 1 naczynie. Następnego dnia roślinom zaszczepiono przez natrysk zarodniki *Cochliobolus miyabeanus*. Po czterech dniach od zaszczepienia liczono plamy chorobowe. Wyniki podano w tablicy 2.

Tablica 2

Lp.	Nazwa substancji czynnej środka	Stężenie składnika aktywnego mg/litr	Liczba plam chorobowych na 1 liść
1	N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	0
2	N-fenyloimid kwasu itakonowego	500	57
3	N-(2'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	46
4	N-(3'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	49
5	N-(4'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	58
6	N-(2'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	52
7	N-(3'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	53
8	N-(4'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	60
9	N-(3'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	45
10	N-(4'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	48
11	N-(2'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego	500	63
12	N-(4'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego	500	59
13	N-(2',5'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	41
14	N-(2',6'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	63
15	N-(2',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	52
16	N-(2'-nitro-3'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	61
17	Nie traktowane	—	87

Przykład VI. Ryż (odmiana Wase Asahi) hodowano w poliwinylowych naczyniach o pojemności

300 ml do momentu, gdy rośliny osiągnęły około 60 cm wysokości. Następnie rośliny spryskiwano badanymi środkami w postaci emulsji rozcieńczonych wodą w ilości 10 ml na naczynie. Następnego dnia liście łodygi roślin zaszczepiono kawałkami grzybni (o średnicy 5 mm) *Pellicularia sasakii*. Po pięciu dniach od zaszczepienia badano liście i łodygi dotknięte chorobą. Wyniki zebrano w tablicy 3.

Tablica 3

Lp.	Nazwa związku	Stężenie składnika aktywnego mg/litr	Udział liści i łodyg dotkniętych chorobą (%/%)
1	N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	0
2	N-fenyloimid kwasu itakonowego	500	88,3
3	N-(2'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
4	N-(3'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
5	N-(4'-chlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
6	N-(2'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
7	N-(3'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
8	N-(4'-nitrofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
9	N-(3'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
10	N-(4'-metylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
11	N-(2'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
12	N-(4'-metoksyfenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
13	N-(2',5'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	97,6
14	N-(2',6'-dwumetylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	93,4

c.d. tablicy 3

Lp.	Nazwa związku	Stężenie składnika aktywnego mg/litr	Udział liści i łodyg dotkniętych chorobą (% %)
15	N-(2',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	89,1
16	N-(2'-nitro-4'-metrylofenylo)-imid kwasu itakonowego	500	100
17	Nie traktowano	—	100

Przykład VII. W rozcieńczonym agarze badano bakteriobójcze działanie N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imidu kwasu itakonowego w stosunku do różnych mikroorganizmów powodujących poważne szkody w roślinach i produktach przemysłowych. Rozcieńczony dioksanem roztwór N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imidu kwasu itakonowego zmieszano z ciepłym wysterylizowanym agarem kartoflanym w proporcji 1 ml roztworu na 10 ml agaru. Mieszaninę wylano na szalki Petriego i pozostawiono do zakrzepnięcia, a następnie do każdej szalki wszczepiono zawieszinę mikroorganizmu. Stężenie badanego związku w różnych szalkach wynosiło 1000, 200, 40 i 8 mg/litr. Otrzymane wyniki, wyrażone w najmniejszej ilości związku potrzebnej do zahamowania wzrostu mikroorganizmu przedstawiono w tablicy 4.

Jak wynika z przedstawionych wyników, efekt działania bakteriobójczego N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imidu kwasu itakonowego w stosunku do różnych mikrobów jest znacznie większy, niż taki efekt innych związków o zbliżonej strukturze chemicznej.

Dzięki temu bardzo korzystne jest stosowanie tego związku jako środka do zwalczania takich chorób roślin jak: zaraza ryżu, septorioza ryżu, pleśnienie pochwy liścia ryżu, pleśnienie liści, pleśnienie jarzyn i owoców, szara pleśń truskawek, antraknoza (plamistość zgorzelowa), czarna plamistość gruszek itp. choroby wywołane przez zarazki i grzybki chorobotwórcze oraz w celu zmniejszenia szkód powodowanych przez *Aspergillus niger*. Ponadto stwierdzono, że związek ten można stosować jako aktywny składnik w kompozycjach środków niszczących zarazki w rolnictwie i w przemyśle.

Z wyników przedstawionych w tablicach 1—4 widać, że N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itako-

Tablica 4

5	Badany mikroorganizm	Minimalne stężenie potrzebne do zahamowania wzrostu badanego organizmu po pięciu dniach od zaszczepienia mg/litr
		N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego
10	<i>Piricularia oryzae</i>	40
	<i>Cochliobolus miyabeanus</i>	8
15	<i>Alternaria kikuchiana</i>	8
	<i>Alternaria mali</i>	8
20	<i>Pythium aphanidermatum</i>	200
	<i>Pellicularia sasakii</i>	200
	<i>Pellicularia filamentosa</i>	8
25	<i>Helminthoapodium sigmoidium</i>	40
	<i>Fusarium oxysporum</i> f. <i>niveum</i>	200
30	<i>Corticium rolfsii</i>	200
	<i>Botrytis cinerea</i>	8
	<i>Glomerella cingulata</i>	8
35	<i>Kanthomonas oryzae</i>	40
	<i>Aspergillus niger</i>	40
40	<i>Sclerotinia sclerotiorum</i>	8

nowego wykazuje działanie lepsze niż w przypadku znanych N-fenylopo pochodnych imidu kwasu itakonowego i równie dobre jak w przypadku octanu fenylo-

Zastrzeżenie patentowe

Środek do zwalczania mikroorganizmów, oparty na N-fenyloimidzie kwasu itakonowego, **znamienny tym**, że zawiera N-(3',5'-dwuchlorofenylo)-imid kwasu itakonowego jako składnik czynny, zmieszany z obojętnymi nośnikami.