

POLSKA
RZECZYPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

108014

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 25.07.75 (P. 206123)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 15.08.77

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1980

Int. Cl.² A01N 9/20

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Eli Lilly and Company, Indianapolis (Stany
Zjednoczone Ameryki)

Środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy zawierający jako substancję czynną nowe pod-
stawione w pierścieniu N-trójfluoroacetylo-o-fenyl-
nodwuaminy.

W opisie patentowym Stanów Zjednoczonych
Ameryki nr 3557211 przedstawiono N,N-bis(acetylo)-
o-fenylodwuaminy użyteczne do zwalczania roślin,
owadów i grzybów.

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy o szerokim spektrum chwastobójczego działania.

Środek według wynalazku zawiera składnik pomocniczy oraz jako substancję czynną nowe podstawione w pierścieniu N-trójfluoroacetylo-o-fenylodwuaminy o wzorze przedstawionym na rysunku, w którym R¹ oznacza grupę metylosulfonylową w pozycji 4 lub 5 a R² oznacza grupę trójfluoroacetylową, 2-furoilową lub grupę acetylową.

Środek według wynalazku jako substancję czynną korzystnie zawiera N¹, N²-bis(trójfluoroacetylo)-5'-(metylosulfonylo)-o-fenylodwuaminę; N¹-trójfluoroacetylo-N²-furoilo-5'-(metylosulfonylo)-o-fenylodwuaminę; lub N¹-trójfluoroacetylo-N²-acetylo-4'-(metylosulfonylo)-o-fenylodwuaminę.

Środek według wynalazku posiada szerokie spektrum chwastobójczego działania. Środek zawierający jedną z podstawionych w pierścieniu N-trójfluoroacetylo-o-fenylodwuamin w ilości hamującej wzrost, można stosować na takie części roślin

2

jak łodygi, liście, kwiaty, owoce, korzenie i nasiona oraz inne reprodukujące części roślin. Można również wykorzystać selektywne działanie chwastobójcze środka.

Środek o działaniu chwastobójczym może zawierać więcej niż jeden aktywny związek, przy czym w takim przypadku należy odpowiednio zmniejszyć ilość poszczególnych związków tak, żeby mieszanina dawała tylko żądany efekt.

W zwalczaniu chwastów nie jest konieczne całkowite zniszczenie niepożądanych roślin i wystarcza jedynie zahamowanie ich rozwoju. W przypadku selektywnego działania korzystniejsze jest zahamowanie rozwoju niż całkowite zniszczenie, zwłaszcza w połączeniu z warunkami naturalnymi takimi jak ograniczona wilgotność, co silnie wpływa na selektywne zahamowanie niepożądanej roślinności niż roślin uprawnych. Środek zawierający nowe związki wykazuje szerokie i różnorodne działanie chwastobójcze. Środek zawierający te związki w dawkach wywołujących selektywne działanie, które dokładnie określono poniżej, można stosować do selektywnego zwalczania chwastów w takich uprawach jak na przykład bawełna, kukurydza, sorgo i soja.

Środek można stosować przed wzejściem zarówno roślin uprawnych jak i chwastów lub korzystnie można go bezpośrednio rozpylać po wzejściu roślin uprawnych lecz zarówno przed jak i po wzejściu chwastów.

Środek można też stosować na obszarach nie uprawianych, a w tym na okresowo nie uprawianych obszarach ziemi. Na tzw. ugorach, środek można rozprawać na wiosnę w celu zlikwidowania wegetatywnego rozwoju aż do jesieni lub do następnych siewów wiosennych albo na jesieni w celu zahamowania rozwoju aż do wiosny lub kolejnych siewów jesiennych. Ponadto środek według wynalazku można stosować do zwalczania chwastów w uprawach drzew, takich jak cytrusowe. We wszystkich zastosowaniach korzystny jest także fakt, że środka nie trzeba wprowadzać do gleby lecz wystarcza, gdy rozprawa się go jedynie na powierzchni ziemi. Jeśli jest to wskazane lub dogodne środek można zaozać broną talerzową w glebie lub wymieszać z nią jakimkolwiek mechanicznym sposobem. Oprócz wymienionych powyżej zastosowań w uprawach lądowych, środek można wykorzystywać do zwalczania chwastów wodnych.

W pewnych przypadkach środek może zawierać tylko substancję czynną, jednakże dla osiągnięcia dobrych wyników jest konieczne, aby substancja czynna znajdowała się w postaci zmodyfikowanej, to znaczy jako jeden ze składników środka do ograniczania wzrostu roślin. Substancję czynną można na przykład mieszać z wodą lub inną cieczą albo cieczami, korzystnie z dodatkiem środka powierzchniowo-czynnego. Substancję czynną można również łączyć ze starannie rozdrobnionymi substancjami stałymi takimi jak środki powierzchniowo-czynne, otrzymując zwilżalny proszek, który można następnie zdyspergować w wodzie lub innej cieczy. Środek można także sporządzać w postaci płynu do bezpośredniego rozpylania.

Inne sposoby wytwarzania środka są znane i można je również stosować.

Dokładna ilość substancji czynnej nie ma zasadniczego znaczenia i zmienia się w zależności od rodzajużądanego działania hamującego rozwój, od charakteru roślin, składnika aktywnego i warunków klimatycznych. Zahamowanie rozwoju w szerokim zakresie uzyskuje się zwykle przy użyciu 0,55—22,5 kg lub więcej substancji czynnej na hektar. Dawki takie są odpowiednie i skuteczne do zniszczenia wegetatywnego rozwoju na ugorach. Dobre wyniki w selektywnym zahamowaniu rozwoju chwastów na obszarach zawierających rośliny uprawne, takie jak kukurydza, soja i bawełna, uzyskuje się przy użyciu dawki 0,55—11 kg/ha.

Jak wspomniano, dokładne stężenie substancji czynnej w środku nie ma zasadniczego znaczenia z tym, że stężenie i sumaryczna ilość środka muszą zapewnić dostarczenie odpowiedniej ilości substancji czynnej na hektar. Dobre wyniki osiąga się zazwyczaj przy użyciu środka zawierającego 0,5—10% i więcej substancji czynnej w przypadku cieczy i 1,0—5,0% lub więcej w przypadku środka w postaci pyłu, proszku, granulatu lub innych suchych preparatów. Można też sporządzać środek w postaci bardziej stężonych preparatów, które są często korzystniejsze, ponieważ w zależności od konkretnego zastosowania i danego stężenia, nadają się tylko koncentraty, zarówno do transportu i przechowywania, jak również do bezpośredniego

zastosowania. Taki preparat korzystnie zawiera środek powierzchniowo-czynny oraz substancję czynną w ilości 0,5—99,5% wagowych albo obojętny, dokładnie rozdrobniony nośnik i substancję czynną w ilości 1,0—99% wagowych. Preparaty te, jak wspomniano, można w pewnych przypadkach stosować bezpośrednio lecz można je uprzednio rozcieńczyć.

Środek w postaci ciekłej, zawierający odpowiednią ilość substancji czynnej, przygotowuje się przez rozpuszczenie tego składnika w organicznej cieczy lub dyspergowania go w wodzie z dodatkiem lub bez dyspergującej substancji powierzchniowo-czynnej, takiej jak jonowy lub niejonowy emulgator. Można też dodać substancje modyfikujące, które służą do rozprawaiania lub przyklejania środka na ulistnieniu roślin. Odpowiednimi ciekłymi nośnikami organicznymi są stosowane w rolnictwie oleje do rozpylania i destylaty naftowe, takie jak olej napędowy, nafta, oleje opałowe i rozpuszczalnik Stoddarda.

Najkorzystniejsze są destylaty naftowe. Środek w postaci mieszaniny wodnej może zawierać jeden lub więcej nie mieszających się z wodą rozpuszczalników toksycznego związku. Nośnik w takim środku stanowi wodna emulsja na przykład mieszanina wody emulgatora i nie mieszającego się z wodą rozpuszczalnika. Wybór i ilość czynnika dyspergującego i emulgującego zależy od natury środowiska i jego zdolności dyspergowania substancji czynnej w nośniku. Jako substancje dyspergujące i emulgatory można stosować produkty kondensacji tlenków alkilenu z fenolami i kwasami organicznymi, arylosulfoniany alkilowe, pochodne polioksyalkilenowe lub estry sorbitanu oraz mieszaniny alkoholowo-eterowe. Przykładem substancji powierzchniowo-czynnych, które może zawierać środek według wynalazku, są substancje opisane w opisach patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3095299, kolumna 2, wiersze 25—36, 2655447, kolumna 5 i 2412510, kolumny 4 i 5.

Środek w postaci pyłu sporządza się przez dokładne zdyspergowanie substancji czynnej w lub na dokładnie rozdrobnionym stałym nośniku, takim jak glinika, talk, kreda, gips, wapień, wermikulit lub perlit. Jedną z metod otrzymywania takich dyspersji jest mechaniczne mieszanie lub mielenie rozdrobnionego nośnika z substancją czynną.

Środek w postaci pyłu zawierający toksyczne związki można przygotować z różnymi stałymi substancjami dyspergującymi o czynnej powierzchni, takimi jak bentonit, ziemia Fuller'a, attapulgit i inne glinki. W zależności od ilości składników, środek ten można stosować w postaci koncentratu i później rozcieńczać dodając więcej substancji dyspergujących lub kredy, talku lub gipsu. Otrzymuje się wówczas żadaną ilość substancji czynnej w środku służącym do zahamowania rozwoju roślin. Pyły można również dyspergować w wodzie ewentualnie z dodatkiem czynnika dyspergującego, uzyskując mieszaniny do opryskiwania.

Korzystnie, środek według wynalazku dodatkowo modyfikuje się przez wprowadzenie skutecznej ilości substancji powierzchniowo-czynnej, która ułatwia dyspergowanie i rozprzestrzenianie środka

na powierzchni liści roślin i jego wniknięcie w rośliny.

Środek można zdyspergować w glebie lub innym środowisku wzrostu w jakikolwiek dogodny sposób. Można go mieszać z glebą, przez nałożenie na powierzchnię gleby i późniejsze zbronowanie lub wkopanie do gleby do pożądanej głębokości albo przez wprowadzenie ciekłego nośnika w celu ułatwienia penetracji i nasycenia gleby. Opryskiwanie lub opylanie powierzchni gleby lub części roślin albo naziemnych powierzchni roślin można przeprowadzać typowymi metodami, na przykład przy użyciu opylaczy, pasowych lub ręcznych spryskiwaczy i rozpylaczy, zarówno na powierzchni jak i z powietrza. Te typowe metody rozprowadzania środka można stosować, przy czym nie są one wymagane.

Zaletą środka jest to, że jest on aktywny i skuteczny w zwalczaniu chwastów nawet po umieszczeniu na powierzchni gleby, bez dodatkowego wprowadzania go do gleby. Jest on zasadniczo tak samo aktywny po rozprowadzeniu na powierzchni jak i po wprowadzeniu do gleby.

Substancję czynną można również rozprowadzić w glebie przez wprowadzenie do wody stosowanej do nawodnienia. W takich przypadkach ilość wody zmienia się w zależności od porowatości i zdolności gleby do przechowywania wody, aby rozprowadzić środek na pożądanej głębokości.

Środek zawierający związki o wzorze przedstawionym na rysunku wykazuje niską toksyczność w stosunku do ssaków w porównaniu ze środkiem zawierającym odpowiednie benzimidazole. Ponadto, środek ten można dyspergować w postaci areozolu zawierającego jeden lub więcej aktywnych związków. W takim przypadku środek wytwarza się typowymi metodami, według których substancję czynną dysperguje się w rozpuszczalniku a uzyskaną zawiesinę miesza się z propelantem w stanie ciekłym. Potrzebę stosowania rozpuszczalnika i stężenie substancji czynnej określają takie parametry jak charakter związku i roślinności, którą poddaje się działaniu środka. Przykładami odpowiednich rozpuszczalników są: woda, aceton, izopropanol i 2-etoksyetanol.

Zadowolające wyniki otrzymuje się w przypadku, gdy środek połączy się z innymi substancjami stosowanymi w rolnictwie i przeznaczonymi do stosowania na rośliny, części roślin lub ich środowisko. Są nimi nawozy sztuczne, środki grzybobójcze, środki owadobójcze, inne herbicydy i środki do kondycjonowania gleby.

Środek można przygotowywać i stosować razem ze znanymi herbicydami. Wzajemny stosunek poszczególnych składników w takim środku nie ma zasadniczego znaczenia i przy wszystkich wartościach proporcji, środek ma korzystne właściwości zmieniające wzrost roślin. Korzystny jest na ogół środek, w którym każdy składnik występuje w znacznej ilości, to znaczy środek, w którym stosunek składników wynosi 1 : 10 — 10 : 1, zwłaszcza 1 : 5 — 5 : 1.

Korzystnymi, znanymi herbicydami, które można łączyć ze środkiem według wynalazku są: N,N-dwu-n-propylo-2,6-dwunitro-4-(trójfluorometylo)-

anilina, N-etylo-N-butylo-2,6-dwunitro-4-(trójfluorometylo)anilina, N,N-dwu-n-propylo-2,6-dwunitro-4-metyloanilina, N,N-dwu-n-propylo-2,6-dwunitro-4-(metylosulfonylo)anilina, N,N-dwu-n-propylo-2,6-dwunitro-4-sulfamoioloanilina, N,N-dwu-n-propylo-2,6-dwunitro-4-izopropyloanilina, N,N-dwu-n-propylo-2,6-dwunitro-4-III-rz-butyloanilina, i N,N-bis(2-chloroetylo)-2,6-dwunitro-4-metyloanilina.

Dobre wyniki uzyskuje się zazwyczaj jeśli dawka N-trójfluoroacetylo-o-fenylodwuaminy wynosi 0,55—3,8 kg/ha a dawka dwunitroaniliny wynosi 0,27—2,75 kg/ha.

Podany przykład ilustruje środek według wynalazku jego aktywność i działanie.

Przykład. Środek zawierający jako substancję aktywną różne związki o wzorze przedstawionym na rysunku oceniano przy zastosowaniu przed wzejściem różnych gatunków roślin. W celu przeprowadzenia takiej oceny przygotowuje się glebę składającą się z jednej części piasku murarskiego i jednej części rozdrobnionej ziemi powierzchniowej. Składniki te miesza się w mieszalniku cementu. 3,75 litra tej gleby umieszcza się w ocynkowanej skrzyni o wymiarach 25×35 cm i ubija się do danego poziomu przy użyciu twardej szcztotki. W około 2/5 skrzynki, trójrowkowym znacznikiem robi się bruzdy o głębokości 2,5 cm. W tych brzdach umieszcza się nasiona roślin uprawnych zawierające 4 ziarna kukurydzy, 5 nasion bawełny i 5 nasion soi. W pozostałej części gleby umieszcza się czterorowkowy wzornik i w każdej z jego sekcji wysiewa się następujące rośliny stosując wskazane ilości ziaren: 80—100 nasion włośnicy, 40—50 nasion ślazu (Abutilon incanum), 150—250 nasion lebiody i 100—150 nasion paluszniaka krwawego.

W celu przykrycia całej skrzynki dodaje się wystarczającą ilość ziemi. W ten sposób nasiona chwastów przykryte są na głębokości około 6 mm, a nasiona roślin uprawnych przykryte są na głębokości około 3 cm.

W celu zbadania działania środka przed wzejściem roślin, przygotowaną powyższym sposobem skrzynkę umieszcza się w dniu wysiania lub następnego dnia w komorze zaopatrzonej w stolik obrotowy i wyciąg powietrzny. Środek w postaci emulsji do natryskiwania lub zwilżanego proszku rozprowadza się za pomocą zmodyfikowanego rozpylacza de Vilbiss'a zawieszzonego na linii przepływu powietrza. Na każdą skrzynkę stosuje się 12,5 ml badanego środka wprowadzonego w dniu wysiania roślin lub w dniu następnym. Po upływie 11 do 12 dni od rozprowadzenia środka zlicza się uszkodzenia i obserwuje ich rodzaj. Stosuje się następującą skalę oceny uszkodzeń: 0 — brak uszkodzeń, 1 — nieznaczne uszkodzenie, 2 — umiarkowane uszkodzenie, 3 — ostre uszkodzenie i 4 — zniszczenie. Gdy przeprowadza się więcej niż jedno zliczenie uszkodzeń to oblicza się wartość średnią. Środek przygotowuje się w postaci preparatu do spryskiwania stosując jedną z następujących metod. W jednym doświadczeniu, badany związek nawilża się przez zmieszenie w moździerzu z jedną częścią monolaurynianu poliksyetylenowanego sorbitanu,

Do uzyskanej, kremowej pasty dodaje się powoli 5/100 części wody i otrzymuje się wodną zawiesinę o stężeniu substancji powierzchniowo-czynnej 0,2%. Zawiesina ta nadaje się do rozpylania. W drugim sposobie związek aktywny rozpuszcza się w jednej objętości acetonu i acetonowy roztwór rozcieńcza się 19 objętościami wody zawierającej 0,1% mono-laurynianu polioksyetylenowanego sorbitanu.

Tablica I przedstawia wyniki oceny uszkodzeń. W kolumnie 1 podano nazwę substancji czynnej, w kolumnie 2 — dawkę substancji czynnej w kg/ha i w pozostałych kolumnach — uszkodzenia poszczególnych nasion lub kielków roślin, określone według omówionej powyższej skali.

Tablica I
Uszkodzenie roślin poddanych działaniu środka przed wzejściem

Substancje czynne	kg/ha	Kuku-rydza	Bawełna	Soja	Palusz-nik krwawy	Lebioda	Włoś-nica	Śluz
N ¹ ,N ² -bis(trójfluoroacetylo)-5'-(metylosulfonylo)-o-fenyleneodwuamina	8,8	1	1	2	3	4	3	3
N ¹ -trójfluoroacetylo-N ² -(2-furoilo)-5'-(metylosulfonylo)-o-fenyleneodwuamina	8,8	1	1	1	2	2	1	2

Środek badano również po wzejściu roślin, takich jak kukurydza oraz kilka gatunków chwastów. Ocena przeprowadzona wyżej opisanym sposobem z tym, że badane roztwory rozprowadzono po upły-

wie 9—12 dni po przygotowaniu i wysianiu roślin w skrzynkach.

Wyniki podano w tablicy II.

Tablica II
Uszkodzenie roślin poddanych działaniu środka po wzejściu

Składnik aktywny	kg/ha	Kuku-rydza	Palusz-nik krwawy	Lebioda	Włośnica	Śluz
N ¹ ,N ² -bis(trójfluoroacetylo)-5'-(metylosulfonylo)-o-fenyleneodwuamina	8,8 4,4 2,2	2 1 1	4 4 4	4 4 4	3 4 4	4 3 2
N ¹ -trójfluoroacetylo-N ² -(2-furoilo)-5'-(metylosulfonylo)-o-fenyleneodwuamina	8,8	1	2	3	3	3

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek chwastobójczy zawierający substancję czynną oraz składnik pomocniczy, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera związek o wzorze przedstawionym na rysunku, w którym R¹ oznacza grupę metylosulfonylową w pozycji 4 lub 5 a R² oznacza grupę trójfluoroacetylową, grupę 2-furoilową lub grupę acetylową.

2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera N¹,N²-bis(trójflu-

oroacetylo)-5'-(metylosulfonylo)-o-fenyleneodwuami-

nę.
3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera N¹-trójfluoroacetylo-N²-furoilo-5'-(metylosulfonylo)-o-fenyleneodwu-

aminę.
4. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera N¹-trójfluoroacetylo-N²-acetylo-4'-(metylosulfonylo)-o-fenyleneodwu-

