

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49112

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 25.X.1961 (P 102 556)

Pierwszeństwo: 19.VII.1961 dla zastrz. 1
Szwajcaria

Opublikowano: 8.III.1965

Kl. 45 1, 19/02

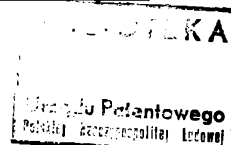
MKR 1

40129

UKD 632.954:547

Właściciel patentu: J. R. Geigy A. G., Bazyleja (Szwajcaria)

Środek do zwalczania chwastów



1

Wynalazek dotyczy nowych środków do zwalczania chwastów, zawierających jako substancje czynne, nowe sole określonych 2,4,6 — podstawionych sym-triazyn z chlorowcowymi alifatycznymi kwasami jedno- lub dwukarboksylowymi.

Znane są środki chwastobójcze, które zawierają jako substancje czynne 2,4,6 — podstawione sym-triazyny i kwas trójchlorooctowy.

Stwierdzono, że dotychczas nieznanne sole zasadowych pochodnych triazyny z chlorowcowymi alifatycznymi kwasami jedno lub dwukarboksylowymi wykazują działanie chwastobójcze o wiele szybsze i bardziej radykalne od znanych środków zawierających wolne triazyny.

Według wynalazku jako substancje czynne stosuje się sole o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym X_1 oznacza tlen, siarkę albo wiązanie bezpośrednie, X_2 oznacza siarkę albo grupę iminową, N-alkiloiminową albo grupę N-alkaniloiminową albo wiązanie bezpośrednie, a X_3 oznacza grupę iminową, N-alkiloiminową albo N-alkanoiloiminową, zaś R_1 , R_2 i R_3 oznaczają nasyconą albo nienasyconą alifatyczną grupę węglowodorową ewentualnie przerwana tlenem lub siarką, albo grupę hydroksyalkilową, a w przypadkach, w których X_1 albo X_2 oznaczają wiązanie bezpośrednie, R_1 albo R_2 oznacza resztę chlorowcoalkilową, a R_3 oznacza resztę chlorowcoalkilową chlorowcowaną w pozycji α i ewentualnie w dalszych pozycjach, ewentualnie rozgałęzioną resztę karboksychloroal-

2

kilową, przy czym wspomniane reszty alkilowe zawierają 1—12 atomów węgla w łańcuchu.

Środki według wynalazku wytwarza się w ten sposób, że 2,4,6 — podstawione 1,3,5, — triazyny poddaje się reakcji ze składnikiem kwaśnym w postaci jego roztworu w drugim składniku, ciekłym w temperaturze pokojowej albo ciekłym w temperaturze nieco podwyższonej, bądź w obojętnym rozpuszczalniku organicznym, wrzącym w temperaturze 150°C, jak na przykład aceton, benzen, cykloheksan i toluen, a powstałą sól triazyny po jej wydzieleniu miesza z nośnikami i(lub) środkami rozpraszającymi.

Jako reszty alkilowe podane we wzorze ogólnym występują następujące grupy: metylowa, etylowa, n — propylowa, izopropylowa, butylowa, izobutylowa, trzeciorzędowa, butylowa, amylova, izoamylowa, allilowa i metametyloallilowa. Jako grupy alkanoilowe występuje formylowa, acetylowa, propionylowa, butyrylowa i izobutyrylowa. Jako przykłady reszt węglowodorowych, w których łańcuch węglowy przerwany jest tlenem albo siarką, występują grupa metoksymetylowa, 2-metoksyetylowa, 3-metoksypropylowa, 2-metoksypropylowa, etoksymetylowa, 2-etoksyetylowa, 2-etoksypropylowa, 3-etoksypropylowa, n — albo izopropoksymetylowa, 2-propoksyetylowa, 2-propoksypropylowa, 2-alliloetylowa, 2-metyloallilooksyetylowa, metoksyetoksyetylowa, etoksyetoksyetylowa, metylotioetylowa, 2-metylotioetylowa, 2-metylotiopropylowa,

wa, 3-metylotiopropylowa, etylotiometylowa, etylotioetylowa, 2-etylotiopropylowa, 3-etylotiopropylowa, n — albo izopropylotiometylowa, 1-propylotioetylowa, 2- albo 3-propylotio-n-propylowa, 2- albo 3-izopropylotiopropylowa, 2-allilotioetylowa albo β -(2-metylo-propen-2-ule-tio)-etylowa. Jako przykłady grup hydroksyalkilowych przytacza się grupę hydroksymetylową, 2-hydroksyetylową, 3-hydroksypropylową albo 2 — 3 — lub 4-hydroksybutylową, a jako grupy chlorowcoalkilowe grupę jedno-, dwu- lub trójfluorometylową, jedno-, dwu- lub trójchlorometylową, oraz grupę 2,2-dwuchloroetylową.

Szczególnie skuteczne działanie przy regulacji wzrostu roślin wykazują sole, które zawierają następującą pochodną triazyny:

2-metoksy-4-metyloamino- 6-izopropylamino-sym-triazyne,
 2-metoksy-4,6-bis-(etyloamino)-sym-triazyne,
 2-metoksy- 4-etyloamino- 6-izopropylamino- sym-triazyne,
 2-metoksy- 4,6-bis- (izopropylamino)- sym- triazyne,
 2-etoksy- 4- etyloamino- 6- izopropylamino- sym- triazyne
 2-etoksy-4,6-bis-(izopropylamino)-sym-triazyne,
 2- metoksy- 4- metyloamino- 6- izopropylamino- sym-triazyne
 2-etoksy-4,6-bis-(etyloamino)-sym-triazyne
 2-etoksy-4,6-bis-(dwuetyloamino)-sym-triazyne
 2-metoksy-4,6-bis-(butyloamino)-sym-triazyne
 2- metylo- 4- metyloamino- 6- izopropylamino- sym-triazyne
 2- metylo- 4- metyloamino- 6- n- propylamino- sym-triazyne
 2-metylo- 4-etyloamino- 6-n-propylamino- sym-triazyne
 2-metylo-4-izopropylamino- 6-n-propylamino- sym-triazyne
 2-metylo- 4-n-propylamino- 6-allilamino-sym-triazyne
 2-metylo-4,6-bis-allilamino-sym-triazyne
 2- metylo- 4-etyloamino- 6-(3'- metoksypropylamino)-sym-triazyne
 2-metylo-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyne
 2-metylo-4,6-bis-izopropylamino-sym-triazyne
 2-metylo-4-etyloamino-6- izopropylamino-sym-triazyne
 2-metylo-4-metyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyne
 2-metylo-4-izopropylamino-6- (3'-metoksypropylamino)-sym-triazyne
 2-metoksymetylo-4-metyloamino- 6- izopropylamino-sym-triazyne
 2-metylo-4,6-bis-(3'-metoksypropylamino)- sym-triazyne
 2-metoksymetylo-4,6-bis- izopropylamino- sym-triazyne
 2-trójfluorometylo-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyne
 2-trójfluorometylo-4-etyloamino-6-dwuetyloamino-sym-triazyne
 2-trójfluorometylo-4-etyloamino-6- izopropylamino-sym-triazyne
 2-trójchlorometylo-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyne

2-trójchlorometylo-4,6-bis-allilo- (3'-metoksypropylamino)-sym-triazyne
 2-trójchlorometylo-4-metyloamino- 6- etyloamino-sym-triazyne
 2-trójchlorometylo-4-etyloamino-6- izopropylamino-sym-triazyne
 2-trójchlorometylo-4- (N-acetylo - etyloamino)-6-etyloamino-sym-triazyne
 2-dwuchlorometylo-4-metyloamino- 6- etyloamino-sym-triazyne
 2-dwuchlorometylo- 4,6-bis-etyloamino-sym-triazyne
 2-dwuchlorometylo-4-etyloamino- 6-izopropylamino-sym-triazyne
 2-dwuchlorometylo- 4- etyloamino-6-dwuetyloamino-sym-triazyne
 2-chlorometylo-4- metyloamino-6-etyloamino-sym-triazyne
 2-chlorometylo-, 4,6-bis- etyloamino-sym-triazyne
 2-chlorometylo- 4-etyloamino- 6-izopropylamino-sym-triazyne
 2-chlorometylo- 4-etyloamino- 6- dwuetyloamino-sym-triazyne
 2-dwubromometylo- 4,6- bis-etyloamino-sym-triazyne
 2-dwubromometylo- 4-metyloamino- 6-etyloamino-sym-triazyne
 2-dwubromometylo- 4,6-bis-etyloamino- sym- triazyne
 2-metylo-4-metyloamino- 6-izopropylamino -sym-triazyne
 2-etylo-4-etyloamino-6-izopropylamino- sym-triazyne

Do wytwarzania soli o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku stosuje się następujące chlorowcowane alifatyczne kwasy karboksylowe: kwas trójfluorooctowy, kwas jednochlorooctowy, kwas dwuchlorooctowy, kwas trójchlorooctowy, kwas jednobromooctowy, kwas α -chloropropionowy, kwas α -bromopropionowy, kwas β -bromopropionowy, kwas α,α -dwuchloropropionowy, kwas α,β -dwuchloropropionowy, kwas α,β -trójchloropropionowy, kwas α,α -dwuchloromasłowy, kwas α,β -dwuchloromasłowy, kwas α,β -trójchloromasłowy, kwas α,α,β -trójchloroizomasłowy, kwas α,α -dwuchlorowalerianowy, kwas pięciochloroglutarowy.

Wyżej wymienione sole działają bardziej skutecznie przy usuwaniu lub zapobieganiu niepożądanemu wzrostowi roślin aniżeli znane dotychczas herbicydy zawierające 2,4,6- podstawione sym-triazyne albo kwas trójchlorooctowy lub inne znane środki o działaniu chwastobójczym. Oprócz tego sole te wykazują również właściwość oddziaływania na wzrost roślin na odliścienie np. roślin bawełny, na przyspieszanie dojrzewania przez przedwczesne wysuszenie np. roślin kartofli, następnie na zmniejszenie zawiązków owoców, przedłużenie okresu zbiorów i zdolność przechowywania.

W porównaniu z pochodnymi triazyny, wyżej omawiane związki można stosować jako herbicydy do zwiększonej liczby gatunków roślin, przy czym działają one znacznie szybciej, ponieważ łatwiej

resorbują się w zielonych częściach roślin. Triazyny zwykle stosowane jako herbicydy przy traktowaniu roślin po ich wejściu działają najczęściej dopiero po kilku tygodniach, podczas gdy nowe związki powodują zwiędnięcie i obumarcie roślin już po kilku dniach. O ile więc wspomniane środki były stosowane przeważnie przed wejściem roślin w okresie kiełkowania chwastów, w którym to stadium są one bardzo wrażliwe, to nowe produkty umożliwiają szybkie usunięcie także tych chwastów, które już wzeszły. Działanie na rośliny już wyrosnięte, co w rolnictwie jest często bardzo ważne, występuje szybciej i z zastosowaniem mniejszych dawek niż przy stosowaniu triazyn już znanych jako herbicydy. Ponadto nowe środki działają szczególnie na chwasty głęboko zakorzenione, np. trawy, rośliny baldaszkowe, motylkowe, które trudno było zwalczać znanymi środkami.

Środki chwastobójcze według wynalazku można stosować w postaci roztworów, emulsji, zawiesin lub środków do rozpylania. Postacie stosowane zależą od celu, do jakiego mają służyć. Jednakże we wszystkich tych postaciach substancja czynna musi być rozprowadzona równomiernie. Szczególnie w przypadku nie dopuszczenia do wzrostu roślin, przy przedwczesnym wysuszeniu oraz przy odliścianiu można działanie wymienionych środków wzmocnić przez dodanie do nich fitotoksycznych nośników, jak np. wysokowrzących frakcji oleju mineralnego. Z drugiej zaś strony przy stosowaniu nośników obojętnych wobec roślin uwydatnia się wyraźniej selektywne działanie środków przy hamowaniu wzrostu roślin (np. w selektywne niszczenie chwastów).

Do wytwarzania roztworów zawierających środek według wynalazku stosuje się szczególnie wysokowrzące ciecz organiczne, jak frakcje oleju mineralnego, oleje ze smoły węglowej, jak również oleje roślinne i zwierzęce. W celu ułatwienia rozpuszczania się substancji czynnej w cieczach, można dodawać ewentualnie małe ilości cieczy organicznych o większej zdolności rozpuszczania i zwykle o niższej temperaturze wrzenia, to znaczy takie rozpuszczalniki jak alkohole, np. etanol lub izopropanol, ketony, np. aceton, butanon lub cykloheksanon, alkohol dwuacetonowy, cykliczne węglowodory, np. benzen, toluen lub ksylen, chlorowane węglowodory, np. czterochloroetan lub chlorek etylenu, albo mieszaniny wyżej wymienionych związków.

W połączeniu z wodą ze środków według wynalazku sporządza się emulsje i zawiesiny. Substancje czynne homogenizuje się w wodzie same lub w jednym z wyżej wymienionych rozpuszczalników, korzystnie za pomocą środków emulgujących lub dyspergujących. Jako kationocenne środki emulgujące lub dyspergujące można stosować np. czwartorzędowe związki amoniowe, a jako środki emulgujące anionocenne np. mydła, sole alkaliczne alifatycznych monoestrów kwasu siarkowego, lub sole alkaliczne alifatyczno-aromatycznych kwasów sulfonowych lub sole kwasów alkoksycetowych o długich łańcuchach, a jako niejonowe środki emulgujące — eter glikolu polietylenowego

i alkoholi tłuszczowych lub alkilofenoli i produkty kondensacji tlenu etylenu. Z drugiej strony można też wytwarzać koncentraty ciekłe lub w postaci pasty, składające się z substancji czynnej, emulgatora lub dyspergatora i ewentualnie rozpuszczalnika, które następnie można rozcieńczać wodą.

Środki do rozpylania lub rozsypywania sporządza się przez zmieszanie lub zmielenie substancji czynnej razem ze stałym nośnikiem, np. z talkiem, ziemią okrzemkową, kaolinem, bentonitem, węglanem wapnia, fosforanem trójwapniowym, montmorylonitem, piaskiem, a także z mąką drzewną, mąką korkową i innymi materiałami pochodzenia roślinnego. Substancje te można też nanosić na nośniki za pomocą rozpuszczalnika lotnego. Przez dodanie środków zwilżających, np. wyżej wymienionych środków emulgujących i koloidów ochronnych, np. ługu posiarczynowego, można preparaty w postaci proszku i pasty zawieszać w wodzie i stosować jako środki do spryskiwania. W zależności od tego do jakiego celu stosuje się środki według wynalazku wprowadza się do nich substancje, które polepszają lub zmniejszają ich rozdział i zdolność przenikania do gleby do głębokości odpowiedniej do długości korzeni zwalczanych chwastów. Również można zwiększyć ich biologiczne działanie przez dodanie substancji o właściwościach bakteriobójczych lub grzybobójczych, np. w celu osiągnięcia ogólnej sterylizacji gleby lub przy selektywnym zwalczaniu chwastów w celu ochrony roślin uprawnych przed szkodliwymi organizmami. Jako dodatek do środków według wynalazku można stosować substancje, które również wpływają na wzrost roślin, jak np. 3-amino-1,2,4-triazol, albo też, np. sole kwasu α,α -dwuchloropropionowego, które rozszerzają skalę działania tych środków. Stosowanie tych środków z nawozem pozwala na oszczędność pracy i może zwiększyć odporność hodowanych roślin.

Potrzebne ilości substancji czynnej na 1 ha zawarte są przy selektywnym zwalczaniu chwastów, w zależności od wrażliwości chwastów, odporności roślin uprawnych, okresu stosowania, warunków klimatycznych i warunków glebowych, w granicach od mniej więcej 0,1—6 kg ha, podczas gdy dla całkowitego zahamowania wzrostu roślin należy stosować na ogół mniej więcej 10—15 kg ha. Gdy chwasty są bardzo odporne, można powyższe dawki przekroczyć.

Poniżej podano przykłady otrzymywania środków według wynalazku. Podane w nich części oznaczają części wagowe, a temperatury są podane według skali Celsjusza.

Przykład I. Do 6,1 g stopionego kwasu monochlorooctowego dodaje się, mieszając, porcjami 11,0 g 2-metoksy-4,6-dwuizopropylamino-sym-triazyny, która się rozpuszcza w substancji roztopionej. Po ochłodzeniu masa tężeje. Po kilkogodzinowym staniu rozdrabnia się ją i wylugowuje wodą w podwyższonej temperaturze. Po przekryształizowaniu z eteru naftowego produkt topnieje w temperaturze 85—87° i zawiera chlor w ilości 11,2% (obliczono 11,1%).

Przykład II. 10,5 części 2-metyloamino-4,6-bis-etylo-amino-sym-triazyny rozpuszcza się w 50 częściach toluenu i dodaje 8 części kwasu trójchlorooctowego, rozpuszczonych w 25 częściach toluenu. Toluenu oddestylowuje się w próżni a pozostałość przekrystalizowuje z benzenu i eteru naftowego. Otrzymana sól z 2-metylotio-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyny z kwasem trójchlorooctowym topnieje w temperaturze 110° (rozkładając się).

Przykład III. 12,05 części 2,4-bis-izopropylamino-6-metylotio-sym-triazyny rozpuszcza się w 55 częściach cykloheksanu. Do otrzymanego roztworu dodaje się roztwór z 5,7 części kwasu trójfluorooctowego w 30 częściach cykloheksanu, przy czym wykryszalizowuje bezpośrednio sól, która po odsączeniu ma temperaturę topnienia 146—148°.

Przykład IV. 21,3 części 2,4-bis-etyloamino-6-metylotio-sym-triazyny rozpuszcza się w 120 częściach cykloheksanu i dodaje w temperaturze nieco podwyższonej do roztworu składającego się z 14,3 części kwasu α,α -dwuchloropropionowego w 50 częściach cykloheksanu. Wydziela się najpierw sól w postaci oleistej, która po staniu przechodzi w krystaliczną. Wydzielone kryształy przekrystalizowuje się z mieszaniny eteru nafty i benzenu (stosunek objętościowy 10:1) i mają one temperaturę topnienia 99—102°.

W analogiczny sposób otrzymuje się:

Sól 2-metylotio-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyny z kwasem monochlorooctowym: temperatura topnienia 66—70°, z cykloheksanu.

Sól 2-metylotio-4-etyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyny z kwasem dwuchlorooctowym; temperatura topnienia 68—71°, z cykloheksanu.

Sól 2-metoksymetylotio-4-metyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyny z kwasem trójchlorooctowym: olej żółtawy, trudno krystalizujący.

Sól 2-trójchlorometylo-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyny z kwasem monochlorooctowym: temperatura topnienia 127—128°, z cykloheksanu.

Sól 2-metylotio-4-etyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyny z kwasem trójchlorooctowym: temperatura topnienia 98—99°.

Sól 2-etylo-4-etyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyny z kwasem trójchlorooctowym; temperatura topnienia 116—118°, z metylocykloheksanu.

Sól 2-etylo-4-etyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyny z kwasem monochlorooctowym: temperatura topnienia 99—101°, z metylocykloheksanu.

Sól 2-metoksy-4,6-bis-(3'-metoksy-propylamino)-sym-triazyny z kwasem trójchlorooctowym: temperatura topnienia 50—52°, z metylocykloheksanu.

Sól 2-(2'-n-butoksy-etoksy)-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyny z kwasem trójchlorooctowym: olej bezbarwny.

Przykład V. Mieszaninę 2,1 g 2-metoksy-4-etyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyny z 1,5 g kwasu monochlorooctowego ogrzewa w środowisku 20 ml eteru etylowego przez godzinę w temperaturze wrzenia, a następnie po odsączeniu, wymyciu małą ilością wody nadmiaru kwasu chlorooctowego roztwór odparowuje i suszy się. Uzyskuje się 3,0 g żółtej, gęstej, oleistej pozostałości, która po 12 godzinach stania przechodzi w krystaliczną. Po przekrystalizowaniu z eteru naftowego otrzymana sól topnieje w temperaturze 66—68° i zawiera 11,73% (obliczono 11,61% chloru 50 g) otrzymanej soli 2-metoksy-4-etyloamino-6-izopropylamino-sym-triazyny z kwasem monochlorooctowym (o temperaturze topnienia 66—68°), 38 g kaolinu, 10 g paku i 2 g niejonotwórczego środka zwilżającego miesza się razem i miele na pył. Po zarobieniu wodą produkt stanowi zawiesinę o znacznej trwałości. Właściwości biologiczne tego proszku natryskowego są analogiczne do tych, jakie wykazuje emulsja otrzymana według przykładu II.

Przykład VI. 25,5 części 2-izopropylamino-4-(3'-metoksypropylamino)-6-metoksy-sym-triazyny przy ogrzewaniu rozpuszcza się w 150 częściach cykloheksanu i dodaje do otrzymanej zawiesiny 13,9 części kwasu bromooctowego w 30 częściach cykloheksanu. Sól wykryszalizowuje po 12 godzinach stania. Odsącza się i przekrystalizowuje z cykloheksanu. Temperatura topnienia otrzymanej soli wynosi 57—61°.

Przykład VII. 14,1 części 2-metoksy-4,6-bis-(N-acetylo-N-etyloamino)-sym-triazyny rozpuszcza się w 25 częściach toluenu i dodaje 8,2 części kwasu trójchlorooctowego, rozpuszczonego w 25 częściach toluenu, przy czym całość ogrzewa się. Następnie toluen oddestylowuje się w próżni. Pozostałość sól 2-metoksy-4,6-bis-(N-acetylo-N-etyloamino)-sym-triazyny z kwasem trójchlorooctowym, stanowi olej, który nie przechodzi do postaci krystalicznej.

Niżej zamieszczona tablica podaje wykaz wytworzonych soli pochodnych 2,4,6 — podstawionych sym-triazyny z odpowiednimi kwasami.

W pierwszych trzech kolumnach tablicy podane są kolejno podstawniki triazyny, w czwartej kolumnie tablicy wymienione są stosowane kwasy, a w piątej kolumnie podane są temperatury topnienia wytworzonych soli.

Stosowane w tablicy skróty mają następujące znaczenie:

Me	CH ₃
Et	C ₂ H ₅
iPr	CH(CH ₃) ₂
nBu	CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃
allil	CH ₂ —CH=CH ₂

Podstawniki triazyny			K w a s	Temperatura topnienia °C
SCH ₂ OCH ₃	NHMe	NHiPr	trójchlorooctowy	ciekły
SCH ₃	NHMe	NHiPr	monochlorooctowy	61—65°
SCH ₃	NHMe	NHMe	α , α -dwuchloropropionowy	73—75°
SCH ₃	NHiPr	NHiPr	α -bromopropionowy	67—71°
SCH ₃	NHiPr	NHiPr	dwuchlorooctowy	123—124°
SCH ₃	NHiPr	NHiPr	trójchlorooctowy	128° (rozkład)
SCH ₃	NHiPr	NHiPr	trójchlorooctowy	146—148°
SCH ₂ OCH ₃	NHiPr	NHiPr	trójchlorooctowy	110° (rozkład)
SCH ₃	NHiPr	NHiPr	α , α -dwuchloropropionowy	109—111°
SCH ₃	NHEt	NHEt	α , α -dwuchloropropionowy	99—102°
SCH ₃	NHEt	NHEt	monochlorooctowy	72—75°
SCH ₃	NHEt	NHiPr	dwuchlorooctowy	71—73°
SCH ₃	NHEt	NHEt	trójchlorooctowy	113—114°
SCH ₃	NHEt	NHiPr	trójchlorooctowy	97—98°
C ₂ H ₅	NHEt	NHiPr	trójchlorooctowy	116—118°
C ₂ H ₅	NHEt	NHiPr	monochlorooctowy	99—101°
C ₂ H ₅	NHEt	NHiPr	α , α -dwuchloropropionowy	100—101°
SCH ₃	NHEt	NHiPr	monochlorooctowy	57—60°
SCH ₃	NHEt	NHEt	dwuchlorooctowy	71—74°
SCH ₃	NHCH ₃	NHiPr	dwuchlorooctowy	57—60°
SCH ₃	NHCH ₃	NHiPr	trójchlorooctowy	82—84°
OCH ₃	NHEt	NHEt	monochlorooctowy	66—68°
OCH ₃	NHEt	NHEt	α , α -dwuchloropropionowy	92—95°
OCH ₃	NHiPr	NHiPr	trójchlorooctowy	121° (rozkład)
OCH ₃	NHEt	NHiPr	monochlorooctowy	66—68°
OCH ₃	NHnBu	NHnBu	trójchlorooctowy	73° (rozkład)
OCH ₃	NEt ₂	NEt ₂	trójchlorooctowy	olej
OCH ₃	NHnBu	NHnBu	monochlorooctowy	51—56°
OCH ₃	NHEt	NHiPr	dwuchlorooctowy	95—97°
OCH ₃	NHiPr	NHiPr	dwuchlorooctowy	125—127°
OCH ₃	NHEt	NHiPr	α , α -dwuchloropropionowy	85—88°
OCH ₃	NHiPr	NHiPr	α , α -dwuchloropropionowy	105—108°
OCH ₃	NHEt	NHiPr	α , α -dwuchloromasłowy	90—92°
OCH ₃	NHiPr	NHiPr	α , α -dwuchloromasłowy	98—101°
Cl	OEt	NEt ₂	trójchlorooctowy	103° (rozkład)

9

Dalsze przykłady podają sposób przygotowywania różnych postaci środków według wynalazku.

Przykład VIII. 2 części substancji czynnej, np. sól kwasu monochlorooctowego z 2-metylotio-4,6-bis-etyloamino-sym-triazynę lub z 2-metoksy-4,6-bis-(dwuizopropylamino)-sym-triazynę miele się z 98 częściami talku w młynie kulowym, dezintegratorze lub innym odpowiednim młynie w celu uzyskania możliwie wysokiego stopnia rozdrobnienia. Otrzymana mieszanina służy jako środek rozpylający.

Przykład IX. 95 części ziarnistego nośnika, np. piasku, kaolinu, montmorylonitu, zwilża się 1,5 częściami wody, izopropanolu lub glikolu polietylenowego i dodaje 5 częściami substancji czynnej, np. soli kwasu dwuchlorooctowego 2-metylotio-6-izopropylamino-sym-triazynę. Do powyższej mieszaniny, np. z 10 części substancji aktywnej i 90 części kaolinu, można dodać wielokrotną ilość, np. 100—900 części ewentualnie w wodzie nawozu sztucznego. Otrzymane mieszaniny można stosować jako środek do rozpylania.

Przykład X. 69 części krzemianu glinowo-magnezowego, przesianego przez sito do średnicy

10

oczek wynoszącej 0,1—0,8 mm, 25 części wysoko-wrzącego oleju i 3 części anionowego środka zwilżającego, np. produktu kondensacji tlenu alkoaryloetylenowego, miesza się dokładnie w ciągu 5 pół godziny. Do tej mieszniny dodaje się następnie 2 części drobno zmielonej substancji czynnej, np. soli kwasu trójchlorooctowego z 2-metoksymetylotio-4-metyloamino-6-izopropylamino-sym-triazynę, z 1 część kwasu krzemowego, i miesza dobrze. 10 Utworzoną mieszaninę ugniata się i ponownie miesza. Tak utworzone granulki przesiewa się jeszcze raz do grubości ziarna 0,1—0,8 mm, i otrzymuje się produkt rozpylający się. Zamiast 2 części samej substancji aktywnej można stosować 4 części 50%-owego proszku do rozpylania, sporządzonego z substancji czynnej i odpowiednich dodatków (patrz przykład XII i XIII).

Przykład XI. 94,9 części siarczanu amonowego miesza się dobrze w ciągu pół godziny, z 1,1 części anionowego środka zwilżającego, np. produktu kondensacji tlenu alkoaryloetylenu. Do mieszaniny tej dodaje się mieszaninę z 4 części substancji czynnej, np. soli kwasu dwuchlorooctowego z 2-metylotio-4,6-izopropylamino-sym-triazynę lub 2-metoksy-

-4,6-bis - (n - acetyloamino) - sym - triazyną i 0,5 części kwasu krzemowego. Otrzymaną mieszaninę poddaje się mieszanemu w specjalnych mieszarkach, ugniata i przesiewa w postaci ziaren o średnicy wynoszącej 0,1—0,8 mm. Zamiast 4 części samej substancji czynnej można stosować do wytwarzania dobrze rozpylających się granulek 8 części 50%-owego proszku do rozpylania (patrz przykład XII i XIII).

Przykład XII. 50 części substancji czynnej, np. soli kwasu, α, α -dwuchloropropionowego z 2-metylotio-4,6-bis-etyloamino-sym-triazyną, miesza się dokładnie w mieszalniku z 39 częściami kaolinu, 2 częściami silnie pęczniejącej gliny, np. bentonitu, 2 częściami środka powodującego przyzlepność np. pochodnej hydroksyetylocelulozy, 7 częściami niejonowego środka zwilżającego i dyspergatora, np. produktu powstałego z kondensacji tlenku propylenu i tlenku etylenu. Następnie mieszaninę miele się w młynie i ponownie miesza w mieszalniku. Z tak otrzymanego 50%-owego proszku do rozpylania można otrzymać trwałe zawiesiny, wytwarzające małą ilość nietrwałej piany. Zwilżalność tego proszku jest bardzo dobra, ogólna zdolność wytwarzania zawiesiny wynosi 93%.

Przykład XIII. 50 części substancji czynnej, np. soli kwasu trójchlorooctowego 2-etylo-4-etyloamino-5-izopropylamino-sym-triazyny lub 2-metoksy- 4-cykloheksyloamino- 6-etyloamino- sym-triazyny, 20 części mieszaniny krzemianu wapniowego i węglanu wapniowego — 19 części kaolinu, 3,5 części silnie pęczniejącej gliny, 2,5 części dyspergatora, np. produktu kondensacji kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, 5 części anionowego środka zwilżającego, np. sulfonowanej soli eteru heksadecyloglikolu, miesza się w mieszalniku dopóty, dopóki mieszanina nie stanie się jednorodna. Następnie mieszaninę miele się w dezyntegratorze, po czym znów miesza w mieszalniku. Otrzymany proszek do rozpylania po 30 minutach przechodzi w 80%-ach w zawiesinę (zdolność do tworzenia zawiesiny mieszano w wodzie o niemiecczych stopniach twardości). Zwilżalność proszku jest bardzo dobra.

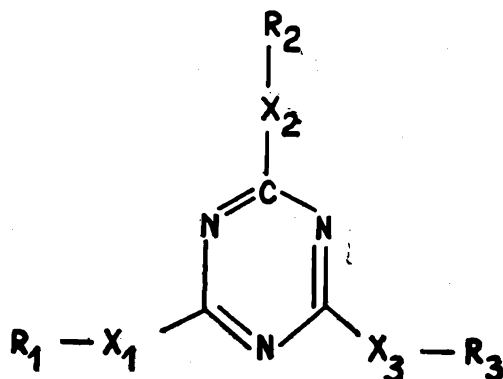
Przykład XIV. 15 części anionowego środka zwilżającego, np. produktu kondensacji tlenku al-

kiloaryloetyleny, 15 części produktu kondensacji glikolu polietylenowego, 10 części oleju wrzecionowego i 50 części substancji aktywnej, np. soli kwasu trójfluorooctowego z 2-metylotio-4,6-bis-izopropylamino-sym-triazyną, miesza się w odpowiednim młynie walcowym. Otrzymaną mieszaninę po dodaniu 10 części kaolinu miesza się ponownie. Otrzymuje się pastę o średniej gęstości, bardzo odpowiednią do wytwarzania trwałych zawiesin.

Przykład XV. Z 20 części substancji czynnej, np. soli kwasu 2-bromopropionowego z 2-metylotio-4,6-bis-izopropylamino-sym-triazyną, 40 części wysokowrzęcej frakcji oleju mineralnego, 30 części alkoholu dwuacetowego i 10 części alkoholu alkiloarylopolieterowego otrzymuje się zdolny do emulgowania roztwór, który można przerobić na emulsję o każdym pożądanym stężeniu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek do zwalczania chwastów, **znamienny tym**, że zawiera sole pochodnych 2,4,6 — podstawionych sym-triazyny o wzorze ogólnym podanym na rysunku, w którym X_1 oznacza siarkę albo wiązanie bezpośrednie, X_2 oznacza siarkę, grupę iminową, N-alkiloiminową, N-alkanoiloiminową lub wiązanie bezpośrednie, a X_3 oznacza grupę iminową, N-alkiloiminową lub N-alkanoiloiminową, zaś R_1 , R_2 i R_3 oznaczają nasyconą albo nienasyconą alifatyczną resztę węglowodorową, ewentualnie przerwana tlenem lub siarką, albo resztą hydroksyalkilową, a w przypadkach, w których X_1 albo X_2 oznaczają wiązanie bezpośrednie R_1 i R_2 oznaczają resztę chlorowcoalkilową, a R_3 oznacza resztę chlorowcoalkilową chlorowcowaną w pozycji α i ewentualnie w dalszych pozycjach, albo podstawioną atomami chlorowca, ewentualnie rozgałęzioną resztę karboksyalkilową, przy czym wspomniane reszty alkilowe zawierają 1—12 atomów węgla w łańcuchu, ewentualnie z dodatkiem nośników i(lub) środków dyspergujących.
2. Środek do zwalczania chwastów według zastr. 1, **znamienny tym**, że zawiera sole o wzorze ogólnym podanym na rysunku, w którym X_1 oznacza tlen.



$R_4 \text{ COOH}$