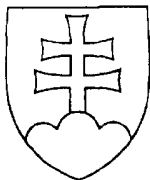


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19)

SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

286830

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. (2009):

A01N 33/00

A01P 13/00

- (21) Číslo prihlášky: **351-2003**
- (22) Dátum podania prihlášky: **24. 8. 2001**
- (24) Dátum nadobudnutia účinkov patentu: **5. 6. 2009**
Vestník ÚPV SR č.: **6/2009**
- (31) Číslo prioritnej prihlášky: **60/228 316**
- (32) Dátum podania prioritnej prihlášky: **25. 8. 2000**
- (33) Krajina alebo regionálna organizácia priority: **US**
- (40) Dátum zverejnenia prihlášky: **11. 9. 2003**
Vestník ÚPV SR č.: **9/2003**
- (47) Dátum sprístupnenia patentu verejnosti: **18. 5. 2009**
- (62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:
- (67) Číslo pôvodnej prihlášky úžitkového vzoru v prípade odbočenia:
- (86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **PCT/EP01/09787**
- (87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **WO02/15690**
- (96) Číslo podania európskej patentovej prihlášky:

(73) Majiteľ: **BASF AKTIENGESSELLSCHAFT, Ludwigshafen, DE;**

(72) Pôvodca: **Fafchamps Jean-Paul, Quaedyne, FR;**
Villanueva Jean-Michel, Mougins, FR;

(74) Zástupca: **Žovicová Viera, Mgr., Bratislava, SK;**

(54) Názov: **Kontinuálny spôsob prípravy stabilnej herbicídnej kompozície vodného suspenzného koncentrátu**

(57) Anotácia:
Opisuje sa kontinuálny spôsob prípravy kompozície stabilného vodného suspenzného koncentrátu pendimethalinu, samotného alebo v kombinácii s ďalším pesticídmi, pričom tento spôsob zahŕňa zmiešanie prúdu roztopeného pendimethalinu s chladným vodným prúdom obsahujúcim ko-prostriedky na úpravu a zárodočné kryštály oranžového pendimethalinu.

SK 286830 B6

Oblasť techniky

Predložený vynález sa týka kontinuálneho spôsobu prípravy kompozície stabilného vodného suspenzného koncentráту pendimethalinu, samotného alebo v kombinácii s ďalším pesticíd, pričom pri tomto spôsobe sa zmieša prúd roztopeného pendimethalinu s chladným vodným prúdom obsahujúcim ko-prostriedky na úpravu a zárodočné kryštály oranžového pendimethalinu.

Doterajší stav techniky

Stabilné kompozície vodného suspenzného koncentráту pendimethalinu, samotného alebo v kombinácii s druhým herbicíd, a spôsoby ich prípravy sú opísané v americkom patentovom dokumente US 5,624,884. Ale tieto uvedené spôsoby sú 2-stupňovými postupmi, kde prvým krokom je príprava horúcej vodnej emulzie roztopeného pendimethalinu a druhým krokom je ochladenie uvedenej emulzie, pričom vykryštalizuje pendimethalin a pripraví sa vodný suspenzný koncentrát. Prípadne sa môže zaradiť tretí krok zomletia. Diskrétné kroky prípravy horúcej emulzie, potom ochladenie uvedenej emulzie a prípadne zomletie uvedenej ochladenej emulzie, znamenajú nejednotný vsádzkový postup. To znamená, že požadovaný produkt sa musí pripraviť v nespojitých (diskrétnych) vsádzkach v stanovenom množstve a spôsob sa opakovane musí začať, ukončiť a znova začať. Takéto vsádzkové postupy môžu byť pri produkcii množstiev pri priemyselnej výrobe časovo náročné a prácne, a tiež energeticky náročné.

Cieľom predloženého vynálezu je preto poskytnúť jednostupňový kontinuálny spôsob, ktorý je vhodný na prípravu stabilnej herbicídnej kompozície vodného suspenzného koncentrátu pri priemyselnej výrobe.

Výhodou tohto vynálezu je to, že uvedené stabilné herbicídne kompozície sa môžu pripraviť účinne a efektívne v kratšom čase a pri zníženej práci a redukcii zdrojov energie.

Podstata vynálezu

Predložený vynález poskytuje spôsob prípravy kompozície vodného suspenzného koncentrátu, pričom tento spôsob zahŕňa zmiešanie roztopeného prúdu pendimethalinu, ktorý má teplotu približne 57 °C až 75 °C, s vodným prúdom obsahujúcim ko-prostriedky na úpravu a zárodočné kryštály oranžového pendimethalinu, pričom uvedený vodný prúd má teplotu približne -3 °C až 5 °C.

Podrobný opis vynálezu

Pendimethalin je dinitroanilínový herbicíd s nízkou teplotou topenia, ktorý je využiteľný v poľnohospodárstve, záhradníctve a pri pestovaní trávnikov. V pevnej forme jestvuje pendimethalin primárne v dvoch polymorfných formách, ktoré sa bežne označujú ako oranžová forma a žltá forma. Je známe, že kompozície obsahujúce kryštalický pendimethalin v množstve 100 % v oranžovej forme alebo v pomere 96 : 4 v oranžovej forme ku žltej forme, majú zvýšenú stabilitu. Ale je známe, že regulácia pomeru polymorfu pendimethalinu pri spôsobe zahŕňajúcom konverziu roztopeného pendimethalinu na pevný pendimethalin je obtiažná. Americký patentový dokument US 5,624,884 opisuje stabilné kompozície vodných suspenzných koncentrátov pendimethalinu a spôsoby ich prípravy. Uvedené metódy vyžadujú však dvojestupňový postup, pri ktorom sa požaduje náročná diskontinuálna produkcia.

Teraz sa prekvapujúco zistilo, že stabilná kompozícia vodného suspenzného koncentrátu pendimethalinu sa môže pripraviť kontinuálnym jednostupňovým postupom, ktorý zahŕňa zmiešavanie, pri vysokom strihu prúdu, roztopeného pendimethalinu, ktorý má teplotu približne 57 °C až 75 °C, s vodným prúdom obsahujúcim ďalšie ko-prostriedky na úpravu a zárodočné kryštály oranžového pendimethalinu, pričom uvedený vodný prúd má teplotu približne -3 °C až 5 °C. Spôsob podľa predloženého vynálezu výhodne okamžite a kontinuálne poskytuje chladnú stabilnú vodnú suspenziu jemných, pravidelných, oranžových kryštálov pendimethalinu. Spôsob podľa vynálezu sa môže uskutočňovať kontinuálne s použitím konvenčných prostriedkov, ako je in-line dávkovač/homogenizátor s vysokým strihom. Alternatívne sa spôsob môže uskutočňovať vsádzkovým spôsobom, ak je to potrebné. Stabilná kompozícia herbicídneho vodného suspenzného koncentrátu, vyrobená spôsobom podľa predloženého vynálezu, sa môže prípadne zomlieť, aby sa získala priemerná veľkosť suspendovaných častíc menej ako 5 až 20 mikrónov.

Spôsob podľa predloženého vynálezu sa môže tiež použiť na prípravu stabilných kompozícií vodných suspenzných koncentrátov obsahujúcich pendimethalin v kombinácii s jedným alebo viacerými pesticídmi, ktoré majú nízkú teplotu topenia alebo sú rozpustné vo vode. Napríklad, ďalší vo vode rozpustný pesticíd sa môže začleniť do chladného vodného prúdu, pred zmiešaním týchto dvoch prúdov.

Kompozície vyrobené spôsobom podľa predloženého vynálezu typicky obsahujú hmotnostné množstvá približne 5,0 % až 50,0 % pendimethalinu; približne 0 % až 50,0 % jedného alebo viacerých ďalších pesticídov.

dov, ktoré sú rozpustné vo vode; približne 3,0 % až 30,0 % ko-prostriedkov na úpravu, ako sú povrchovo aktívne činidlá, dispergačné činidlá, zmáčacie činidlá, prostriedky proti zamŕzaniu, odpeňovacie činidlá, suspenzačné činidlá, zahusťovacie činidlá, konzervačné látky alebo podobne; a približne 20,0 % až 92,0 % vody.

- 5 Tak ako sa používa v tomto opise a patentových nárokoch, termín ko-prostriedkov na úpravu znamená zložku, ako je: vo vode rozpustný pesticíd, t. j. herbicíd, fungicíd, insekticíd, regulátor rastu rastlín alebo podobne; prostriedok proti zamŕzaniu, t. j. etylénglykol, propylénglykol, glycerín, močovina alebo podobne; odpeňovacie činidlo, t. j. silikón alebo podobne; suspenzačné činidlo, t. j. oxid kremičitý, MgSO_4 alebo podobne; zahusťovacie činidlo, t. j. il, polyvinylalkohol, polyvinylpyrolidón, polyakrylamid alebo podobne; konzervačnú látku, t. j. formaldehyd, metylparahydroxybenzoát alebo propylparahydroxybenzoát, benzoát sodný alebo podobne; povrchovo aktívne činidlo, ako je dispergačné činidlo, zmáčacie činidlo alebo podobne; alebo akúkoľvek štandardnú inertnú zložku, ktorá sa konvenčne používa v poľnohospodárskych kompozíciách suspenzných koncentrátov.

- 15 Vo vode rozpustné pesticídy uvažované na použitie pri spôsobe podľa predloženého vynálezu zahŕňajú herbicídy, napríklad: kvartérne soli aminofosfónových alebo fosfinových kyselín, ako je glyfosát, glufosinát alebo podobne; soli substituovanej fenoxykyseliny alebo kyseliny benzoovej, ako je 2,4-D, 2,4-DB, MCPP, MCPA, dicamba, chloramben alebo podobne; imidazolinóny, ako je imazaquin, imazethapyr, imazamox, imazapic, imazapyr alebo podobne; alebo ktorékoľvek zo známych vo vode rozpustných herbicídnych prostriedkov, o ktorých je známe, že majú fyzikálno/chemické vlastnosti, ktoré sú vhodné na prípravu kompozícií vodných suspenzných koncentrátov. Fungicídy, insekticídy alebo regulátory rastu rastlín, ktoré sú rozpustné vo vode a ktoré majú fyzikálno/chemické vlastnosti vhodné na prípravu kompozícií vodných suspenzných koncentrátov, môžu tiež pripadať do úvahy.

- 25 Povrchovo aktívne činidlá (vrátane dispergačných činidiel a zmáčacích prostriedkov) vhodné na použitie ako ko-prostriedky na úpravu pri spôsobe podľa predloženého vynálezu, zahŕňajú: kondenzačné produkty etylénoxidu/propylénoxidu; alkylaryl- alebo arylaryletoxyláty, alebo ich deriváty; lignínsulfonáty; kondenzačné produkty krezolu- alebo naftalénu-formaldehydu, alebo ich sulfonáty; polykarboxyláty alebo ich deriváty; alebo ich zmesi. Výhodnými povrchovo aktívnymi činidlami sú: aniónové polymérne látky, ako sú zmesi alkylaryl- alebo arylaryletoxyláty, alebo ich deriváty; kondenzačné produkty krezolu-formaldehydu alebo ich sulfonáty; kondenzačné produkty naftalénu-formaldehydu alebo ich sulfonáty; alebo lignínsulfonáty. Predovšetkým výhodnými povrchovo aktívnymi činidlami sú zmesi alkyl-, aryl- a arylaryletoxylátov alebo ich deriváty.

- 30 V súlade s uvedeným, stabilné kompozície vodných suspenzných koncentrátov pendimethalinu sa môžu pripraviť zmiešavaním pri vysokom strihu prúdu roztopeného pendimethalinu, ktorý má teplotu približne 57° až 75°C , s vodným prúdom obsahujúcim ko-prostriedky na úpravu a zárodočné kryštály oranžového pendimethalinu, pričom uvedený vodný prúd má teplotu približne -3° až 5°C . V bežnej praxi sa prúd roztopeného technického pendimethalinu pri teplote 57° až 75°C kontinuálne dávkuje do dávkovača/homogenizátora s vysokým strihom, simultánne s vodným prúdom obsahujúcim ko-prostriedky na úpravu a približne 16 až 24 % zárodočných kryštálov oranžového pendimethalinu, pričom vodný prúd sa vopred ochladil na teplotu približne -3°C až 5°C , pričom sa produkuje kontinuálne vystupujúci prúd stabilnej kompozície vodného suspenzného koncentráту pendimethalinu. Pri kontinuálnom, simultánnom dávkovaní a zmiešavaní roztopeného pendimethalinu a ochladeného vodného prúdu v in-line dávkovači/homogenizátore, pri kontinuálnom vypúšťaní výslednej kompozície oranžového suspenzného koncentráту, spôsob podľa predloženého vynálezu umožňuje optimálnu produkciu pri signifikantne zvýšenej dobe udržiavania, práci a zdrojov energie. Takto pripravený suspenzný koncentrát sa môže prípadne zmiešať na guľôčkovom mlyne pri teplote 20 až 29°C , aby sa dosiahla veľkosť častíc menej ako 5 až 20 mikrónov.

- 45 Vo vode rozpustné pesticídy sa môžu formulovať spolu s pendimethalinom, s použitím spôsobu podľa tohto vynálezu, rozpustením uvedeného pesticídu vo vodnom prúde obsahujúcom ko-prostriedky na úpravu a zárodočné kryštály oranžového pendimethalinu, pred zmiešaním s prúdom roztopeného pendimethalinu.

- 50 Výhodné kompozície vyrobené použitím spôsobu podľa predloženého vynálezu netvoria po spracovaní veľké, predĺžené kryštály. Preto spracovanie a výroba nie je zastavená z dôvodu agregácie vplyvom rastu kryštálov. Navyše, agronomické použitie a účinnosť produktu suspenzného koncentráту nie je obmedzená alebo znížená nerovnomernou veľkosťou častíc, sedimentáciou alebo rastom kryštálov.

- Na lepšie pochopenie vynálezu sú v ďalšom uvedené príklady jeho uskutočnenia. Tieto príklady sú iba ilustračné a nemožno ich v žiadnom prípade chápať ako obmedzenie rozsahu alebo podstaty princípov predloženého vynálezu. Pre odborníkov skúsených v odbore budú z nasledujúcich príkladov a uvedeného opisu zrejmé rozličné modifikácie vynálezu, okrem tých, ktoré sú tu uvedené a opísané. Takéto modifikácie taktiež spadajú do rozsahu predloženého vynálezu a pripojených patentových nárokov.

Pokiaľ nie je uvedené inak, všetky časti sú hmotnostnými časťami.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklady 1 až 7

Príprava stabilného vodného suspenzného koncentráту

5 Kompozície pendimethalinu

Vodný prúd obsahujúci ko-prostriedky na úpravu a 16 až 24 % oranžového kryštalického pendimethalinu sa vopred ochladil na teplotu -3 °C až 5 °C a zmiešal sa v dávkovači/homogenizátore s vysokým strihom s prúdom roztopeného pendimethalinu pri teplotách 57 °C až 75 °C, pričom sa získala koncentrovaná vodná suspenzia oranžového kryštalického pendimethalinu.

10 S použitím opísaných postupov sa získali kompozície vodných suspenzných koncentrátov uvedené v tabuľke I.

Tabuľka I

Kompozícia	1	2	3	4	5	6	7
Pendimethalin	30,0	33,0	40,0	40,0	40,0	40,0	33,0
Imazaquin	5,0	-	-	-	-	-	-
Na+ krezolformaldehydový kondenzát	-	-	-	4,7	-	-	-
Na+ krezolformaldehydový sulfátovaný kondenzát	-	-	4,2	-	-	-	4,2
Trietanolamínová soľ polyarylaryletoxylátfosfátu	-	3,4	-	-	-	-	-
Na+ lignínsulfonát	4,0	-	-	-	4,8	-	-
Kyselina octová do pH 7,4	*	-	-	-	-	-	-
Polykarboxylátový derivát	-	-	-	-	-	3,0	-
Močovina	-	-	-	-	-	-	13,3
Vyzrážaný oxid kremičitý	0,75	-	-	-	-	-	-
Xantánová guma	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,16
Formaldehyd, 38 %	0,25	-	-	-	-	0,5	0,4
Roztok	-	0,25	0,25	0,25	0,25	-	-
Silikónové odpeňovacie činidlo	0,5	0,1	0,5	0,9	0,3	1,0	0,3
Etylénglykol	8,0	8,0	8,0	-	-	5,0	-
Kondenzát etylénoxidu/propylénu							
Voda*	QS	QS	QS	QS	QS	QS	QS

15 *QS = Množstvo postačujúce na doplnenie do 100 %

PATENTOVÉ NÁROKY

20 1. Spôsob prípravy kompozície stabilného vodného suspenzného koncentráту, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že zahŕňa zmiešanie prúdu roztopeného pendimethalinu, ktorý má teplotu približne 57 ° až 75 °C, s vodným prúdom obsahujúcim ko-prostriedky na úpravu a zárodočné kryštály oranžového pendimethalinu, pričom uvedený vodný prúd má teplotu približne -3 °C až 5 °C.

25 2. Spôsob podľa nároku 1, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že uvedené zárodočné kryštály sú prítomné v množstve približne 16 % až 24 %.

3. Spôsob podľa nároku 1, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že uvedené ko-prostriedky na úpravu sú zvolené zo skupiny zahŕňajúcej povrchovo aktívne činidlo; prostriedok proti zamŕzaniu; odpeňovacie činidlo; suspenzačné činidlo; zahusťovacie činidlo; konzervačnú látku; vo vode rozpustný pesticíd a ich zmes.

30 4. Spôsob podľa nároku 3, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že uvedené povrchovo aktívne činidlo je zvolené zo skupiny zahŕňajúcej kondenzačný produkt etylénoxidu/propylénoxidu; alkylaryl- alebo arylaryletoxylát; lignínsulfonát; krezolformaldehydový kondenzačný produkt alebo jeho sulfonát; naftalén-formaldehydový kondenzačný produkt alebo jeho sulfonát; polykarboxylát alebo jeho derivát a ich zmes.

35 5. Spôsob podľa nároku 3, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že povrchovo aktívne činidlo je zvolené zo skupiny zahŕňajúcej alkylaryletoxylát; trietanolamínovú soľ alebo draselnú soľ polyarylaryletoxylát-fosfátu; polyarylarlypolyoxyetylénfosforečnú kyselinu; kondenzačný produkt krezolu-formaldehydu; sodnú soľ sulfónovaného krezol-formaldehydového kondenzačného produktu a ich zmes.

6. Spôsob podľa nároku 3, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že prostriedok proti zamŕzaniu je zvolený zo skupiny zahŕňajúcej etylénglykol; propylénglykol; glycerín; močovinu a ich zmes.

7. Spôsob podľa nároku 3, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že zahusťovacie činidlo je zvolené zo skupiny zahŕňajúcej íl; vyžrážaný oxid kremičitý; polyvinylalkohol; polyvinylpyrolidón; polyakrylamid a ich zmes.

5 8. Spôsob podľa nároku 3, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že konzervačná látka je zvolená zo skupiny zahŕňajúcej 38 %-ný roztok formaldehydu; metylparahydroxybenzoát alebo propylparahydroxybenzoát; 2-brom-2-nitropropan-1,3-diol; benzoát sodný; glutaraldehyd; *o*-fenyľfenol; benzizotiazolinón; metyl- alebo etyl-4-izotiazolin-3-ón; pentachlórphenol; 2,4-dichlórbenzylalkohol a ich zmes.

9. Spôsob podľa nároku 8, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že konzervačnou látkou je 38 %-ný roztok formaldehydu.

10 10. Spôsob podľa nároku 3, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že vo vode rozpustným pesticídom je vo vode rozpustný herbicíd.

11. Spôsob podľa nároku 10, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že uvedený herbicíd je zvolený zo skupiny zahŕňajúcej kvartérnu soľ kyseliny aminofosfónovej alebo kyseliny fosfínovej; soľ substituovanej fenoxykyseliny alebo kyseliny benzoovej; imidazolinón a ich zmes.

15 12. Spôsob podľa nároku 11, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že uvedený herbicíd je zvolený zo skupiny zahŕňajúcej glyfosát; glufosinát; 2,4-D; MCPA; dicamba; imazaquin; imazethapyr; imazapic; imazamox; imazapyr a ich zmes.

20

Koniec dokumentu
