



ONAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

222894

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
A 01 N 43/58

(22) Prihlášené 21 12 81

(21) (PV 9575-81)

(40) Zverejnené 30 11 82

(45) Vydané 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

POÓR RÓBERT ing. CSc., LACKO JURAJ, BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy selektívneho herbicídneho prostriedku

1

2

Vynález sa týka prípravy selektívneho herbicídneho prostriedku na báze 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, pričom sa vyznačuje tým, že do jemne zomletého 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu obsahujúceho 1-fenyl-5-amíno-4-chlór-6-pyridazónu sa za miešania pridá SiO_2 , suchý dispergátor, sulfitový výluh, ďalej sa zmes uvedených látok mieša 5 až 60 minút a ďalej sa pridá vodný roztok sulfátov rozvetvených alkoholov a zmes sa homogenizuje za miešania počas 5 až 60 minút.

Vynálezom je spôsob finálnej úpravy technického 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúceho aj 1-fenyl-5-amíno-4-chlór-6-pyridazón, na selektívny herbicídny prípravok.

Podľa dosiaľ známych postupov a zaužívaného spôsobu výroby sa selektívny prípravok na báze účinnej látky 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu finalizuje bez prítomnosti 1-fenyl-5-amíno-4-chlór-6-pyridazónu.

Nevýhodou dosiaľ používaného postupu výroby je nutnosť extrakcie neúčinného izoméru 1-fenyl-5-amíno-4-chlór-6-pyridazónu z reakčnej zmesi, obsahujúcej 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón.

Extrakciou sa získava účinný izomér, ktorý sa po vysušení a zomletí finalizuje. Súčasne sa získava roztok neúčinného izoméru, ktorý sa zahusťuje a predstavuje vedľajší nevyužitý produkt technológie.

Zistili sme, že proces finalizácie herbicídneho prípravku na báze 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu možno uskutočniť aj za prítomnosti neúčinného izoméru, 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu, pričom sa proces výroby selektívneho herbicídneho prípravku podstatne zjednoduší.

Predmetom predloženého vynálezu je spôsob prípravy selektívneho herbicídneho prostriedku na báze 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, pričom sa do 100 dielov hmotnostných zomletého technického 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúceho maximálne 40 dielov 1-fenyl-5-amíno-4-chlór-6-pyridazónu, pridá 0,5 až 8,0 hmot. dielov SiO_2 , ďalej suchý dispergátor v množstve 3,0 až 14 hmot. dielov pozostávajúci z kaolínu a zmesného kopolyméru propylén-oxidu a etylén-oxidu v hmotovom pomere kaolínu ku zmesnému kopolyméru 5 ku 1. Ďalej sa za miešania pridá 6 až 50 dielov sulfitového výluhu, potom sa zmes uvedených látok mieša 5 až 60 min., a ďalej sa pridá 1,0 až 4,0 diely vodného roztoku sulfátov rozvetvených alkoholov, ketoalkoholov a éteralkoholov o dĺžke reťazca C_8 až C_{18} . Zmes sa homogenizuje za miešania 5 až 60 minút.

Výhodou postupu je, že poradie pridávania zložiek je voliteľné pri dodržaní hmotnostných pomerov dávkovaných komponentov, pričom s výhodou sa realizuje pridávanie vodného roztoku sulfátu rozvetvených alkoholov o dĺžke reťazca C_8 až C_{18} ako poslednej komponenty finalizácie. Podmienkou pri pridávaní vodného roztoku sulfátu je, jeho jemné rozptýlenie do pridávanej zmesi. Ďalšou výhodou vynálezu je, že je možné suchý dispergátor a SiO_2 i sulfitový výluh pripraviť pred finalizáciou účinných látok vopred a pridať ich už zmiešané do finalizácie účinných látok.

Pre zabezpečenie vysokej jemnosti finálneho prípravku je potrebné jemné zomletie jednotlivých komponentov finalizácie.

Predmet vynálezu dokumentujú príklady prevedenia, ktoré nevyčerpávajú jeho rozsah.

Príklad 1

Do laborat. mixéra sa navážilo 320 g technického 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu obsahujúceho 72,3 % hmot. účinnej látky stanovenej metódou plynovej chromatografie, ktorý obsahoval aj 25,9 % hmot. neúčinného izoméru 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu. Jemne zomletý technický 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón uvedenej zloženia bol jemne zomletý, pričom zvyšok na site 0,04 mm bol 0,3 % a zvyšok na site 0,125 mm bol 0,02 %. Za miešania dvojramenným miešadlom sa pridalo 3,2 g SiO_2 , ďalej sa pridalo 20 g suchého dispergátora, pozostávajúceho z kaolínu a zmesného kopolyméru propylén-oxidu a etylén-oxidu v hmot. pomere kaolínu ku zmesnému kopolyméru 5 ku 1. Po 10 min. miešania sa pridalo 100 g vysušeného sulfitového výluhu. Zmes uvedených látok sa miešala 5 min., a ďalej sa pridalo 5 g vodného roztoku sulfátu rozvetvených alkoholov, ketoalkoholov a éteralkoholov o dĺžke reťazca C_8 až C_{18} . Vodný roztok sulfátu sa pridával vo forme jemne rozptýleného aerosolu. Zmes uvedených látok sa miešala 30 min., ďalej sa odobrala vzorka, ktorá sa analyzovala. Obsah 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu bol 51,28 % hmot. stanovených metódou plyn. chromatografie. Zvyšok na site 0,04 mm bol 0,4 %, na site 0,125 mm bol 0,08 %. Stálosť 1 % suspenzie bola 80,3 %.

Príklad 2

V pokuse sa pokračovalo a postupovalo ako v príklade 1, pričom technický 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazón bol pred finalizáciou mletý spolu so siloxidom, pričom náväzka SiO_2 predstavovala 1 % ku vzťahu k technickej účinnej látke. V ďalšom postupe sa postupovalo ako v príklade 1, pričom jednotlivé zložky finalizácie boli zmiešané v nasledujúcom hmot. pomere. 72 % techn. 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúci 70,9 % účinnej látky, ďalej sa pridalo 1 % SiO_2 , 5 % suchého dispergátora, 20 % sulfitového výluhu a 2 % vod. roztoku sulfátu. Získaný finálny herbicídny výrobok mal tieto kvalitatívne ukazovatele: obsah 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu 50,8 % hmot. stanovené metódou plyn. chromatografie, stálosť 1 % suspenzie 79,83 %, zvyšok na site 0,04 mm bol 0,3 per. a zvyšok na site 0,125 mm bol 0,05 % hmot.

Vynález možno využiť pri výrobe selektívneho herbicídneho prípravku na báze 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu.

Príklad 3

Do lab. mixéra sa navážilo 320 g jemne zomletého 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúceho 93 % hmot. účinnej látky stanovenej metódou plynovej chromato-

grafie. Za miešania sa pridalo 3,4 g SiO_2 a ďalej sa postupovalo ako v príklade 1.

Stálosť 1 % suspenzie bola 78,4 %, zvyšok na site 0,04 bol 0,38 % a na site 0,125 bol 0,1 %.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy selektívneho herbicídneho prostriedku na báze 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu je vyznačený tým, že do 100 hmot. dielov jemne zomletého technického 1-fenyl-4-amíno-5-chlór-6-pyridazónu, obsahujúceho maximálne 40 dielov 1-fenyl-4-chlór-5-amíno-6-pyridazónu, sa pridá za miešania 0,5 až 8,0 hmot. dielov SiO_2 , suchý dispergátor v množstve 30 až 14 hmot. dielov, pozostávajúci z kaolínu a zmesného ko-

polyméru propylénoxidu a etylénoxidu v hmot. pomere kaolínu k zmesnému kopolyoméru 5 ku 1, ďalej sa za miešania pridá 6 až 50 dielov sulfitového výluhu, potom sa zmes uvedených látok mieša 5 až 60 minút a ďalej sa pridá 1 až 4 diely vodného roztoku sulfátov rozvetvených alkoholov, ketoalkoholov a éteralkoholov o dĺžke reťazca C_8 až C_{18} , zmes sa homogenizuje za miešania 5 až 60 minút.