



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 03.07.75 (P. 181760)

Pierwszeństwo: 03.07.74 Stany Zjednoczone
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 05.06.76

Opis patentowy opublikowano: 30.12.1977

MKP A01n 9/02

Int. Cl.² A01N 9/02

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
P. O. Box 10000, 01-001 Warszawa

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: E. I. du Pont de Nemours and Company, Wilming-
ton, Delaware (Stany Zjednoczone Ameryki)

Środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest środek chwastobójczy zawierający 4-amino-6-IIIrząd.-butylo-3-/metylotio/-1,2,4-triazynon-5 i 2-chloro-N-/2,6-dwuetylofenylo/-N-metoksymetyloacetamid.

Znane są środki chwastobójcze zawierające wyżej wymienione związki oddzielnie. 4-amino-6-IIIrząd.-butylo-3-/metylotio/-1,2,4-triazynon-5 o wzorze 1 i handlowej nazwie metribuzyna stosuje się do niszczenia szerokolistnych chwastów, natomiast 2-chloro-N-/2,6-dwuetylofenylo/-N-metoksymetyloacetamid o wzorze 2 i handlowej nazwie alachlor stosuje się do niszczenia trawiastych chwastów roślin uprawnych. Związki te rozpuszcza się w chlorobenzenie wraz z odpowiednim środkiem emulgującym.

Środek według wynalazku stanowi roztwór metribuzyny, alachloru i środka powierzchniowo czynnego w chlorobenzenie, przy czym stosunek wagowy metribuzyny do alachloru wynosi około 1:9—1:1. Zazwyczaj chlorobenzen zawiera aktywny składnik w ilości 0,36—0,72 kg na litr roztworu. Roztwór ten zawiera także środek powierzchniowo czynny lub środki powierzchniowo czynne zawierające odpowiednie grupy hydrofilowo-lipofilowe, spełniają one rolę środków emulgujących koncentrat w wodzie.

Stwierdzono, że przy rozpuszczaniu w chlorobenzenie metribuzyny i alachloru zmieszanych w określonych stosunkach wagowych obserwuje się występowanie synergizmu w zakresie rozpuszczalności. To znaczy, że dodanie aktywnego składnika, będącego mieszaniną metribuzyny i alachloru w ilości

2

0,36—0,72 kg/litr roztworu, pozwala na rozpuszczenie nieoczekiwanie dużych ilości tego składnika w chlorobenzenie. Stosunek wagowy metribuzyny do alachloru wynosi 1:9—1:1, korzystnie 1:5—2:3, najkorzystniej 1:4—1:2.

Metribuzynę i alachlor wytwarza się w znany sposób. Sposób wytwarzania metribuzyny jest przedstawiony na przykład w belgijskim opisie patentowym nr 697 083, a sposób wytwarzania alachloru w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3 442 945.

Środek ujawniony w belgijskim opisie patentowym zawiera chlorobenzen jako rozpuszczalnik oraz mieszaniny związków według belgijskiego opisu patentowego z innymi środkami chwastobójczymi, takimi jak związki mocznikowe, triazyny itd. Środek ten nie zawiera mieszaniny metribuzyny z alachlorem.

Podobnie w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki przedstawione jest wytwarzanie mieszanin alachloru z innymi środkami chwastobójczymi, jakkolwiek także i w tym opisie nie mówi się o sporządzaniu mieszaniny o składzie według wynalazku.

Kryteria doboru odpowiedniej substancji powierzchniowo czynnej lub mieszaniny substancji tego rodzaju, stosowanych jako emulgatory, są podane w dziele zatytułowanym Emulsions, Theory and Practice, Paul Becher, II wyd. Reinhold Publishing Corporation N. Y. Odpowiednie substancje powierz-

chniowo czynne można także wybrać spośród tych, które wymienione są w publikacji Detergents and Emulsifiers, wydanej przez McCutcheon's Division, Allured Publishing Corporation, N. J. rocznik 1972.

Korzystnymi emulgatorami są niejonowe i anionowe substancje powierzchniowo czynne, zawierające grupy hydrofilowo-lipofilowe. Substancje te umożliwiają wytwarzanie emulsji koncentratów według wynalazku w wodzie. Przykładami środków powierzchniowo czynnych albo środków emulgujących są produkty o handlowych nazwach ATLOX 3403F lub ALTOX 3408, które są niejonowymi, anionowymi emulgatorami wytwarzanymi przez firmę ICI w Stanach Zjednoczonych Ameryki oraz środek o handlowej nazwie WAYFOS M 100 wytwarzany przez firmę Wayland Chemical Div. Philip A. Hunt Chemical Corporation będący organicznym (aromatycznym) anionowym kompleksem estru fosforanowego w postaci wolnego kwasu. Ilość stosowanego emulgatora zmienia się w granicach około 0,5–20% wagowych, korzystnie 2–5% wagowych.

Synergizm w zakresie rozpuszczalności w roztworze mieszaniny alachloru i metribuzyny w chlorobenzenie jest przedstawiony w poniższej tablicy. W tablicy tej podane są najniższe temperatury, do których można chłodzić roztwór, aby uniknąć wytrącania i osadzania się kryształów aktywnego składnika. W przypadku, gdy jedynym składnikiem roztworu w chlorobenzenie jest metribuzyna, stężenie jej wynosi 4% wagowych w temperaturze -6°C , co stanowi około 0,04 kg metribuzyny na 1 litr roztworu. Roztworów bardziej stężonych niż ten nie można magazynować w typowych warunkach, w których temperatura przechowywania waha się w granicach 0°C . Jeżeli natomiast metribuzyna i alachlor są obecne w roztworze w określonym stosunku wagowym, dolna temperatura magazynowania jest znacznie obniżona. Na przykład tak, jak to przedstawione w tablicy, roztwór 8,6% metribuzyny i 34,6% alachloru w chlorobenzenie ma temperaturę krystalizacji poniżej -6°C . Temperaturę tę nazywa się niekiedy temperaturą zamarzania. Powyższe wartości procentowe oznaczają stężenie wynoszące dla metribuzyny 0,096 kg/litr, a dla alachloru 0,384 kg/litr, czyli ilość metribuzyny w roztworze jest więcej niż dwa razy

Tablica
Rozpuszczalność metribuzyny
w niskich temperaturach w produkcie
o handlowej nazwie Lasso i/lub chlorobenzenie

Metribuzyna % wago- wy	Alachlor % wago- wy	Stosunek wago- wy	Rozpuszczal- nik	Początkowa temperatura krystalizacji $^{\circ}\text{C}$
4	0	—	chloroben- zen	-6
8,0	40,2	1 : 5	Lasso+chlo- robenzen	<0
8,6	34,6	1 : 4	Lasso	$\ll -6$
9,8	39,4	1 : 4	Lasso	<0
10,2	39,2	1 : 4	Lasso	<-6
12,7	38,1	1 : 3	Lasso	<0
12,5	25,0	1 : 2	Lasso	≈ 0

większa niż jej ilość, którą możnaby oddzielnie rozpuścić w chlorobenzenie. Całkowite stężenie aktywnych składników wynosi 0,48 kg/litr. W tablicy przedstawione są inne, korzystnie niskie temperatury charakterystyczne dla synergicznego układu według wynalazku.

Produkt o nazwie handlowej Lasso jest wytwarzany przez firmę Monsanto Company i składa się z 43,7% roztworu alachloru w chlorobenzenie oraz odpowiedniego środka powierzchniowo czynnego

Przykład I. 20 g metribuzyny rozpuszcza się w 175,5 g produktu o nazwie handlowej Lasso i dodatkowo dodanych 24,5 g chlorobenzenu, po czym ewentualnie roztwór sący się w celu sklarowania. Otrzymany roztwór zawiera 34,6% alachloru, co stanowi 4 części wagowe i 8,6 % metribuzyny, co stanowi 1 część wagową. Gęstość tego roztworu wynosi 1,12 g/cm³ w temperaturze pokojowej, równej około 22°C . Zawartość alachloru odpowiada stężeniu 0,39 kg/litr, a metribuzyny 0,09 kg/litr. Roztwór ten przechowuje się w zamrażarce w celu zahamowania chemicznego rozkładu i w piecu w temperaturze 45°C w celu przyspieszenia chemicznego rozkładu. Wyniki badań przeprowadzonych po upływie trzech tygodni wskazują na dobrą chemiczną trwałość tego produktu.

Przykład II. 14,5 g metribuzyny i 18,2 g alachloru rozpuszcza się w 62,3 g chlorobenzenu i 5,0 g produktu o handlowej nazwie Altox 3403F, który stanowi mieszaninę niejonowych i anionowych emulgatorów wytwarzanych przez firmę ICI w Stanach Zjednoczonych Ameryki, przy czym stosunek reszty hydrofilowej do lipofilowej w emulgatorach wynosi 13,0. Po przesączeniu otrzymany roztwór zawiera mieszaninę metribuzyny i alachloru w stosunku wagowym 4 : 5, co odpowiada stężeniu aktywnego składnika wynoszącym 0,36 kg/litr. Temperatura krzepnięcia otrzymanego roztworu wynosi 0°C .

Przykład III. 10,7 g metribuzyny i 42,8 g alachloru rozpuszcza się w 41,5 g chlorobenzenu, po czym dodaje się i rozpuszcza 5 g emulgatora o handlowej nazwie Altox 3403F. Roztwór sący się w celu usunięcia stałych cząstek. Otrzymany koncentrat zawiera 0,45 kg metribuzyny i 1,8 kg alachloru, co odpowiada stężeniu aktywnego składnika równemu 0,6 kg/litr. Temperatura krzepnięcia tego roztworu wynosi około 0°C .

Przykład IV. 6,55 g metribuzyny i 55,95 g alachloru oraz 5,0 g produktu o handlowej nazwie Altox 3403F rozpuszcza się w 29,5 g chlorobenzenu, po czym roztwór sący się. Otrzymany roztwór zawiera 0,72 kg/litr aktywnego składnika, przy czym stosunek wagowy metribuzyny do alachloru wynosi 1 : 9. Temperatura krzepnięcia tego roztworu wynosi około 0°C .

Zastrzeżenia patentowe

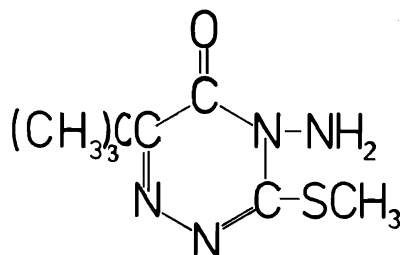
1. Środek chwastobójczy zawierający roztwór substancji czynnej i środka powierzchniowo czynnego w chlorobenzenie, **znamienny tym**, że jako substancję czynną zawiera mieszaninę 4-amino-6-IIIrzęd.-butylo-3-/metylotio/-1,2,4-triazinonu-5 i 2-chloro-N-2,6-dwuetylofenylo/-N-metoksymetyloacetamidu

w stosunku wagowym 1 : 9—1 : 1, przy czym stężenie aktywnego składnika w chlorobenzenie wynosi 0,36—0,72 kg/litr roztworu.

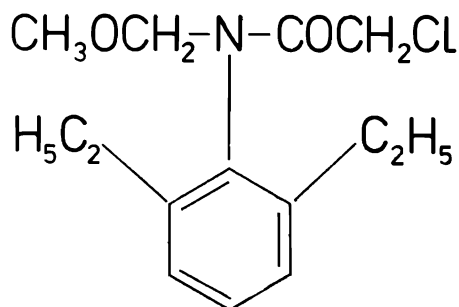
2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera 4-amino-6-IIIrząd.-butylo-3-/metylotio/-1,2,4-triazinonu-5 i 2-chloro-N-/2,6-dwuetylofenylo/-N-metoksymetyloacetamidu w stosunku wagowym 1 : 5—2 : 3.

3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera 4-amino-6-IIIrząd.-butylo-3-/metylotio/-1,2,4-triazinonu-5 i 2-chloro-N-/2,6-dwuetylofenylo/-N-metoksymetyloacetamidu w stosunku wagowym 1 : 4—1 : 2.

4. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera środek powierzchniowo czynny w ilości około 0,5—20% wagowych.



Wzór 1



Wzór 2