

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

SZOLGÁLATI TALÁLMÁNY

B

182729

Nemzetközi osztályozás:

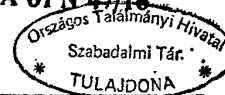
(51) NSZO₃

A 01 N 37/18

A 01 N 43/46

A 01 N 47/12

A 01 N 47/16



Beküldés napja: (22) 1979. IX. 10. (21) EA-198

Elsőbbsége:

Közzététel napja: (42) 1983. V. 30.

Megjelent: 1987. V. 25.

(72) Bártfai Ferencné, tanár, 4%, Dombay Zsolt, okl. vegyész, 5%, Dudás Józsefné, okl. vegyész, 8%, dr. Grega Józsefné, okl. vegyész, 4%, Miskolc, dr. Nagy József, mezőgazdasági mérnök, 8%, dr. Rózsa László, okl. vegyész, 3%, dr. Szita István, okl. vegyész-mérnök, 5%, Miskolc, Rokony Józsefné, okl. vegyész-mérnök, 5%, Tóth István, okl. vegyész, 58%, Sajóbáony

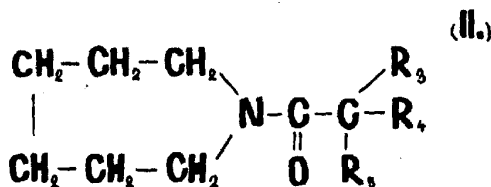
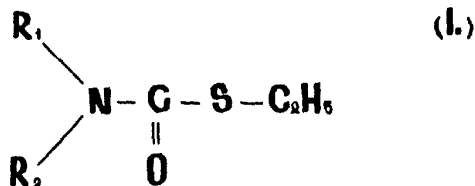
(73) Északmagyarországi Vegyiművek, Sajóbáony

(54) Két hatóanyagot tartalmazó folyékony gyomirtószer készítmény kétszikű gyomnövényekhez

(57)KIVONAT

A találmány tárgya olyan két hatóanyagot tartalmazó, a kétszikű gyomnövényekhez alkalmazható gyomirtószer készítmény, amely 20–90 s%-ban általános képletű tiolkarbomátszármazékot és (II) általános képletű hexametin-imin-származékot, mely képletekben R₁ és R₂ azonos vagy eltérő és 1–6 szénatomos alkilcsoportot, vagy együttesen hexametilén csoportot jelent, míg R₃, R₄ és R₅ azonos vagy eltérő és hidrogén- vagy klóratomot jelent, valamint 0–70 s%-ban folyékony vívőanyagot és 5–10 s%-ban felületaktív anyagot tartalmaz. A gyomirtószer készítményben a két hatóanyag aránya 1:0,05 és 1:0,64 között van.

A találmány szerinti gyomirtószer készítmény előnye az, hogy a tiolkarbomátok által csekély mértékben kifejtett kétszikűekre gyakorolt gyomirtó hatás, a két hatóanyag kombinációja esetében színergetikus módon megnövekszik.



A találmány tárgya két hatóanyagot tartalmazó, kétszikű gyomnövényekhez alkalmazható szinergetikus gyomirtószer készítmény, amely biológiailag aktív anyagként /I/ általános képletű tiolkarbamátszármazékot és /II/ általános képletű hexametilén-imin-származékot tartalmaz.

Az /I/ általános képletben R_1 és R_2 azonos vagy eltérő és 1-6 szénatomos alkilcsoport vagy együttesen hexametilén-csoportot jelent.

A /II/ általános képletben R_3 , R_4 és R_5 azonos vagy eltérő és hidrogén- vagy klóratomot jelent. A számos ismert herbicid készítmény közül az /I/ általános képletű tiolkarbamátok vagy ezeknek más herbicidekkel, például triazinokkal és piridazonszármazékokkal képzett kombinációi ismeretesek.

Az /I/ általános képletű tiolkarbamát hatóanyagokat és ezekből előállított készítményeket ismertetnek például a 2 913 327, 3 037 853, 3 175 897, 3, 185 720, 3 198 786 és a 3 582 314 számú USA-beli, valamint a 157 558 és 160 635 számú magyar szabadalmi leírások.

A tiolkarbamátoknak önmagukban herbicidként történő alkalmazása a gyakorlatban nem terjedt el, mivel főként az egyszikű gyomokat irtják, ugyanakkor a megvédeni kívánt kulturnövényeket is károsítják. Ha például az ilyen szereket az ajánlott koncentrációkban alkalmazzuk a különféle gyomnövények irtására, akkor a kulturnövény komoly mértékű torzképződése és elsatnyulása következhet be. A haszonnövények károsodása következtében a terméshozamok csökkennek.

A tiolkarbamátok triazinokkal való kombinációja sem terjedt el a gyakorlatban, mert a triazin típusu herbicid hatóanyagokkal szemben rezisztens gyomfajok alakulnak ki, másrészt a triazinok lebomlása a talajban lassú, felhalmozódnak és emiatt a felhasználásuk korlátozott mértékű, valamint a tiolkarbamátok a megvédeni kívánt kulturnövényt is károsítják. E nehézségek leküzdése érdekében például a 3 131 509 és 3 564 768 számú USA-beli szabadalmi leírások szerint a haszon-növény vetőmagvait elültetésük előtt bizonyos ellenanyagokkal kezelték. Ezek az ellenanyagok nem túl hatásosak, így nem terjedtek el.

A későbbiekben az egymagukban vagy más hatóanyagokkal kombináltan alkalmazott tiolkarbamátok károsító hatása ellen és/vagy a növények ellenállóképességének növelése céljából antidotáló szereket alkalmaztak. Ilyen antidotáló szereket tartalmazó tiolkarbamát típusu herbicid készítményeket ismertetnek a 165 736, a 168 977 és a 170 214 számú magyar szabadalmi leírások.

Az antidotált egymagukban alkalmazott tiolkarbamátok hátránya, hogy főként az egyszikű gyomokat irtják, kétszikű gyomirtó hatásuk csekély és bizonytalan.

A gyakorlatban legjobban elterjedt antidotáló hatású vegyület, az N,N-diallil-diklór-acetamid mellett széles körben vizsgálták a különböző acetamidszármazékok fitotoxicitás csökkentő tulajdonságait.

Az egyik közlemény [Res. Discl. /1976/ 143,87] a nitrógentartalmu heterociklusos vegyületek egy csoportjának a tiolkarbamátok károsító hatását csökkentő tulajdonságát vizsgálta, megállapította, hogy pl. az N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin és a Triallate [N,N-diizopropil-S-triklór-allil-tiolkarbamát] 16:1 - 1:4 arányu kombinációját alkalmazva nem tapasztal-

tak károsító hatást.

Ugyancsak a diklór-acetamid-származékok hatását írja le két másik közlemény /J. Agric. Food. Chem. /1978/ 26, 1, 137-40; /1979/, 27, 3, 543-7.7/, amelyek egyrészt ismertetik az acetamidszármazékok előállításí módját, másrészt megkísérelék összefüggés keresését az antidotáló hatású acetamidok és a tiolkarbamátok molekulaszervezete között azok hasonlósága alapján.

Ezek a kutatások majdnem kizárólag csak az acetamid-származékok károsító hatás csökkentő tulajdonságainak vizsgálatára irányultak, s nem terjedtek ki azok herbicid hatásának vizsgálatára.

A /II/ általános képletű hexametilén-iminszármazékok, mint herbicidek sem önállóan, sem kombinációban a szakirodalomból nem ismeretesek.

A találmány kidolgozására irányuló kísérleteink során azt tapasztaltuk, hogy az /I/ és /II/ általános képletű hatóanyagokat - amely képletekben R_1 és R_2 jelentése azonos vagy eltérő 1-6 szénatomos alkilcsoport vagy együttesen hexametilén-csoport, R_3 , R_4 és R_5 azonos vagy eltérő és hidrogén vagy klór-atomot jelent $1:0,05$ és $1:0,64$ közötti arányban tartalmazó gyomirtószer készítmény 3-15 kg/ha dózisban felhasználva irtja mind az egyszikű /Avena fatua, Cynodon dactylon, Digitaria ssp., Echinochloa ssp., Eleusine ssp., Eragrostis ssp., Lolium ssp. /multi-flórum/, Poa ssp. /annua/, Setaria ssp., Sorghum halepense/, mind a kétszikű /Amaranthus ssp., Chenopodium album, Lamium amplexicaule, Linum Usitatissimum, Polygonum ssp., Plantago lanceolata, Portulaca oleracea, Spergula arvensis, Stellaria media, Solanum nigrum, Ambrósia ssp./ gyomokat, valamint a gyakorlatban használt antidotáló szerek hozzáadása nélkül sem károsítja a kultúrnövényt. Kísérleteinkben meglepő módon azt tapasztaltuk, hogy az /I/ és /II/ általános képletű hatóanyagok kombinációját tartalmazó készítmény a tiolkarbamátok által csekély mértékben, s az acetamidok által hasonlóan alig irtott kétszikű gyomokat nagymértékben kipusztítja, a kombinációban a két hatóanyag szinergetikus hatást gyakorol egymásra.

A találmány szerinti gyomirtószer készítmény biológiai, hatástani vizsgálatához tesztnövényként MVFV-26 és MVTC-596 fajta hibrid kukoricát /Zea mays /L/-t/ alkalmaztunk, mert a kultúrnövények közül ez a legérzékenyebb a tiolkarbamát típusú vegyületekre, másrészt a kukorica az ilyen gyomirtószer készítmények legnagyobb felhasználási területe.

A találmány szerinti két hatóanyagot tartalmazó gyomirtószer készítmény biológiai hatását megvizsgáltuk tenyészedenyekben és Petri-csészés agar-agar-os bioteszttel is.

A tenyészedenyes teszt vizsgálatot az alábbi módon végeztük: $1,2 \text{ dm}^2$ felületű műanyag tenyészedenyekbe bemértünk 500-500 g 2 mm átmérőjű szitán átrostált talajt, majd erre 4-4 szem MVFV-26 fajta hibrid kukoricát /Zea mays /L/-t/, valamint 0,3-0,3 g Polygonum ssp, Setaria ssp., és Plantago lanceolata gyommagvakat vetettünk. Erre még 100 g talajt tettünk, majd a 19. példában leírt módon előállított találmány szerinti gyomirtószer kombinációval kezeltük és kezelés után még 200 g talajt mértünk be minden tenyészedenybe. A kísérleteket háromszor ismételtük meg.

A kísérletek során a napi átlaghőmérséklet $24,3^\circ\text{C}$, a napi átlag relatív páratartalom pedig 54,8 % volt. A növényeket

12 órás megvilágítási periódus alkalmazásával 400 W-os napfény-pótló lámpák alatt neveltük. A vízvesztés naponta pótoltuk. A kiértékelést a kezelést követő 14-ik napon végeztük.

A kísérleti eredményeket az I. táblázat tartalmazza.

I. táblázat

k u k o r i c a				
kezelések	hajtáshossza		zöldsulya	
	cm	%	g	%
Kezeletlen kontroll	40,2	100	6,8	100
A ₁	38,1	94,7	6,8	100
B ₁	34,5	85,8	5,9	86,8
SZD	± 18,6		± 24,6	
p = 5 %				

A₁ = 5,6 kg/ha N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamát
+ 0,56 kg/ha N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin

B₁ = 5,6 kg/ha N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamát
+ 0,56 kg/ha N-/triklór-acetil/-hexametilén-imin.

Az "A₁" kombináció esetében a kukorica ép, egészséges volt, míg "B₁" kombináció esetében kis mértékű deformáció, csavarodás volt észlelhető.

Az agar-agar-os bioteszt vizsgálatot az alábbi módon végeztük:

Petri-csészékbe bemértük agar-agar /0,4 %-os/ tápoldát 300-300 ml-ének és az "A₂" vagy "B₂" jelű a 19. példa szerinti kombinációk megfelelő dózist. A kiöntött és megszilárdult táptalaj felszínére 6-6 szem MVFV-26 fajta hibrid kukoricát /Zea mays, /L/-t/ vetettünk. A kísérleteket háromszor ismételtük meg. Az értékelést a beállítástól számított 7-ik napon végeztük.

A kísérleti eredményeket a II. táblázat tartalmazza.

II. táblázat

Kezelések	hajtáshossz		zöldsuly	
	cm	%	g	%
Kezeletlen kontroll	10,7	100	1,7	100
A ₂	10,9	101,9	1,75	102,9
B ₂	6,9	64,5	1,55	91,2

SZD $p = 5\%$ $\pm 30,4$ ± 40

$A_2 = 0,56 \text{ kg/ha}$, N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamát
+ $0,056 \text{ kg/ha}$ N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin.

$B_2 = 0,56 \text{ kg/ha}$ N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamát
+ $0,056 \text{ kg/ha}$ N-/triklór-acetil/-hexametilén-imin.

Tenyészedényes teszt vizsgálatokat végeztünk az N,N-di/-n-propil/-S-etil-tiolkarbamát és N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin, valamint az N,N-hexametilén-S-etil-tiolkarbamát és N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin arányának változtatására bekövetkező biológiai hatás vonatkozásában az alábbi módon:

a tesztnövényeket napi 12 órás megvilágítási periódusokkal, 400 W-os napfénypótló lámpák alatt, $1,2 \text{ dm}^2$ felületű műanyag tenyészedényekbe bemért, összesen 700 g réti öntés talajban neveltük. A vízpótlást naponta a teljes vízkapacitás 65% -ig végeztük. A gyommagvakat /Echinochloa crus galli, Setaria glauca, Chenopodium album és Linum usitatissimum/ és a kulturnövényt /MVTC-596 fajta hibrid kukorica/ 400 g légszáraz, 2 mm átmérőjű szitán átrostált talaj/edény bemérése után vetettük. Ezt $200\text{--}200 \text{ g}$ talajjal borítottuk, majd kipermeteztük a 28. és 29. példa szerinti gyomirtószerek megfelelő mennyiségét. A vegyszeres kezelést követően még 100 g talaj/edény mértünk be. A kiértékelést a kezeléstől számított 12-ik napon végeztük, mértük a kukorica hajtáshosszát és zöld súlyát, valamint az egy- és kétszikű gyomok zöld súlyát. Az eredményeket varianciaanalízissel vizsgáltuk.

Önmagában az N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin gyomirtó hatását és a kukorica zöld súlyára kifejtett hatását a III. táblázat adatai tartalmazzák, míg a kombinációk hatástani adatait a IV. táblázat tartalmazza, melyekben a számított adatokat a Colby S.R. féle képlettel [Calculating Sinergistic and Antagonistic Responses of Herbicide Combinations, Weed, Vol. 15. No. 1. 20-22. p. /1967/.7 számoltuk.

III. táblázat

N-/diklór-acetil/- -hexametilén-imin dózisa kg/ha	Kukorica zöld- sulya %	Egyszikű gyo- mok zöldsulya %	Kétszikű gyomok zöld- sulya %
Kezeletlen kontroll	100	100	100
0,0049	96,5	44	31
0,049	78,5	52	43
0,098	95	47,5	49
0,196	89	66	43
0,392	88,5	57	52,5
0,784	84	74	43
1,568	80,5	74	62
3,136	77	46,5	30
4,900	73,5	37	35

IV. táblázat

A ₁ ható- anyag kg/ha	Kétszikű gyomnövény zöldsulya kg/ha	B ható- anyag kg/ha	Kétszikű gyomnö- vény zöldsulya %	A ₁ + B kg/ha	Kétszikű gyomok zöldsulya %	tény- leges	számi tott
10	16,2	0,4	52,5	10+0,4	5,2	8,5	
10	16,2	0,8	43	10+0,8	0	6,97	
10	16,2	1,6	62	10+1,6	0	10,04	
10	16,2	3,2	30	10+3,2	0	4,86	
10	16,2	4,0	52,5	10+4,0	0	7,14	

A ₂ ható- anyag	A ₂ + B					
5	23,03	0,4	52,5	5+0,4	7,89	12,09
5	23,03	0,8	43	5+0,8	4,61	9,90
5	23,03	1,6	62	5+1,6	5,92	14,28
10	29,61	0,25	43	10+0,25	6,58	12,73
10	29,61	0,50	52,5	10+0,50	0,00	15,54
10	29,61	0,8	43	10+0,8	5,26	12,73
10	29,61	1,6	62	10+1,6	3,29	18,36
10	29,61	3,2	30	10+3,2	5,26	8,88

A₁ hatóanyag: N,N-diizobutil-S-etil-tiolkarbamát

A₂ hatóanyag: N,N-di/n-propil/-S-/n-propil/-tiolkarbamát

B hatóanyag: N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin

A táblázatok adataiból jól látható, hogy a találmány szerinti gyomirtószer készítmény jól irtja a kétszikű gyomokat, a kulturnövényt nem károsítja, tehát a kombináció a tiolkarbamát és a diklór-acetamid additív hatását meghaladó mértékben pusztítja a kétszikű gyomnövényeket.

A gyomirtószer készítményhez felhasznált /II/ általános képletű vegyületeket, amely képletekben R₃, R₄ és R₅ azonos vagy eltérő és hidrogén vagy klóratomot jelent az alábbi példákban ismertetett módon állítottuk elő, amely példák nem tartoznak a szabadalom oltalmi körébe.

1. példa

19,6 g /0,25 mól/ acetil-kloridot 50 ml acetonnal elegyítünk, majd keverővel, hőmérővel és adagolótölcsérrel felszerelt lombikba töltjük. Az elegyet só-jég keverékkel hűtjük. Az adagolótölcsérbe betöltjük 50,58 g /0,51 mól/ hexametilén-imin és 50 ml aceton elegyét, melyet 5-10°C hőmérsékleten keverés közben az acetyl-klorid és aceton elegyéhez adagolunk. Az adagolás befejezése után szobahőmérsékleten egy óra utókeverést végzünk. Ezután kb. husz percig száraz sósavgázt vezetünk

át a reakcióelegyen. Amennyiben vékonyréteg-kromatográfiás módszerrel ellenőrizve a reakcióelegy szabad hexametilén-imint nem tartalmaz, a hexametilén-imin-hidrokloridot a reakcióelegyből szűrőssel eltávolítjuk, majd a szűrletet vákuumban acetont mentesítjük.

Az így nyert N-acetil-hexametilén-imin enyhén sárgás színű kristályos anyag, 85-87°C-on olvad.

Hozam: 33,48 g az elméleti 95 %-a.

Analízis: számított: N: 9,92 %; talált: 9,98 %

2. példa

28,23 g /0,25 mól/ klór-acetil-kloridot szobahőmérsékleten keverés közben feloldunk 50 ml acetonban, majd keverővel, hőmérővel és adagolótölcsérrel felszerelt lombikba töltjük. Az elegyet só-jég keverékkel hűtjük. Az adagolótölcsérbe betöltjük 50,58 g /0,51 mól/ hexametilén-imin és 50 ml acetont, melyet 5-10°C hőmérsékleten keverés közben a klór-acetil-klorid acetonos oldatához adagolunk. Az adagolás befejezése után 10-15°C hőmérsékleten egy óra utókevertetést végzünk.

Ezután a reakcióelegyet közel háromszoros mennyiségű jeges vízbe öntjük keverés közben, majd a szerves és vizes fázist elválasztjuk.

A szerves fázist azonos térfogatu 0,1 n sósavval mossuk, majd ülepités után elválasztjuk.

A szerves fázist ismételtén mossuk vízzel, míg a mosóvíz semleges nem lesz, majd nátrium-szulfáton megszárítjuk. Az acetont a vizes fázisba kerül.

Az így nyert N-/klór-acetil/-hexametilén-imin enyhén sárgás folyadék, törésmutatója n_D^{20} : 1,5064; n_D^{70} : 1,4889.

Hozam: 41,68 g az elméleti 95 %-a.

Analízis:

számított N: 7,97 %; számított Cl: 20,22 %

talált N: 7,92 %; talált Cl: 20,46 %.

3. példa

37 g /0,25 mól/ diklór-acetil-kloridot szobahőmérsékleten keverés közben feloldunk 50 ml acetonban, majd keverővel, hőmérővel és adagolótölcsérrel felszerelt lombikba töltjük. Az elegyet só-jég keverékkel hűtjük. Az adagolótölcsérbe betöltjük 50,58 g /0,51 mól/ hexametilén-imin és 50 ml acetont, melyet 5-10°C hőmérsékleten keverés közben a diklór-acetil-klorid acetonos oldatához adagolunk. Az adagolás befejezése után 10-15°C hőmérsékleten egy óra utókevertetést végzünk.

Ezután a reakcióelegyet közel háromszoros mennyiségű jeges vízbe öntjük keverés közben, majd a kivált szilárd anyagról a vizes fázist leszívátjuk és 0,1 n sósavval felszuszpendáljuk. Ülepités után a sósavas fázist leszívátjuk, majd vízzel addig mossuk, míg a mosóvíz semleges nem lesz, azután megszárítjuk.

Az így nyert N-/diklór-acetil/-hexametilén-imin nehezen szilárduló, enyhén sárgás színű, porszerű anyag, 52-54°C-on olvad, törésmutatója n_D^{70} : 1,5040.

Hozam: 48,3 g az elméleti 92 %-a.

Analízis:

számított N: 6,66 %; számított Cl: 33,80 %;
talált N: 6,51 %; talált Cl: 33,85 %.

4. példa

45,5 g /0,25 mól/ triklór-acetil-kloridot szobahőmérsékleten keverés közben feloldunk 50 ml acetonban, majd keverővel, hőmérővel és adagolótölcsérrel felszerelt lombikba töltjük. Az elegyet só-jég keverékkel hűtjük. Az adagolótölcsérben betöltjük 50,58 g /0,51 mól/ hexametilén-imin és 50 ml aceton elegyét, melyet 5-10°C hőmérsékleten keverés közben a triklór-acetil-klorid acetonos oldatához adagolunk.

Az adagolás befejezése után 15-20°C hőmérsékleten egy óra utókevertetést végzünk. Ezután a reakcióelegyet közel háromszoros mennyiségű jeges vízbe öntjük keverés közben, majd a szerves és vizes fázist elválasztjuk. A szerves fázist azonos térfogatu 0,1 n sósavval mossuk, majd ülepedés után elválasztjuk.

A szerves fázist ismételtén mossuk vízzel, míg a mosóvíz semleges nem lesz, majd nátrium-szulfáton megszáritjuk és szűrjük. Az acetont a vizes fázisba kerül.

Az így nyert N-/triklór-acetil/-hexametilén-imin barnás-vörös folyadék, törésmutatója n_D^{20} : 1,5253; n_D^{70} : 1,5060.

Hozam: 57,45 g az elméleti 94 %-a.

Analízis: számított N: 5,72 %; számított Cl: 43,55 %;
talált N: 5,36 %; talált Cl: 42,97 %.

A találmány szerinti két hatóanyagot tartalmazó gyomirtószer készítményt, amely 20-90 s%-ban tartalmazza az /I/ és /II/ általános képletű vegyületeket - amely képletben R_1 és R_2 jelentése lehet egyező vagy eltérő 1-6 szénatomos alkilcsoport, de együttesen hexametilén is lehet, míg R_3 , R_4 és R_5 lehet egyező, vagy eltérő és jelenthet hidrogén vagy klóratomot - célszerűen folyékony emulziókoncentrátum alakjában formáltuk, mivel az /I/ általános képletű vegyületek folyékony halmazállapotúak.

A formálási eljárás során az /I/ általános képletű vegyületből bemérünk 19,8-89 súlyrészt és hozzáadunk 0-70 súlyrész folyékony hígítóanyagot, célszerűen kerozint, vagy alifás vagy aromás klórozott szénhidrogént, vagy aromás szénhidrogént, vagy dimetil-szulfoxidot, vagy dimetil-formamidot, majd keverés közben hozzáadagolunk 0,2-45 súlyrész /II/ általános képletű vegyületet.

Ezután teljes feloldódásig kevertetjük, majd hozzáadunk 5-10 súlyrész felületaktív anyagot, célszerűen anionos és nem ionos tenzidek keverékét, például dodecil-benzolszulfonsav-kalcium-sójának és poli/oxi-alkil/-fenoloknak a keverékét vagy alkil-aril-szulfonsav-kalciumsójának és alkil-fenil-poli/glikol-éter/-nek a keverékét.

Homogenizálás után, amennyiben lebegő szennyeződést tartalmaz szűrjük.

A formálást az alábbi kiviteli példákon mutatjuk be, amelyek nem korlátozzák a szabadalom oltalmi körét.

5. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 102 g 98 %-os hatóanyagtartalmu N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarba-

mátot és 68 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 10 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint. 30 percig kevertetjük szobahőmérsékleten, majd hozzáadunk 8 g Atlox 3400 B és 12 g Atlox 4857 B emulgeálószeret.

Ujabb 30 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 110 g. Az Atlox 3400 B és az Atlox 4857 B dodecil-benzolszulfonsav kalciumsó és poli/oxi-etilén/-alkil-fenolok keveréke, az Atlas Chemie GmbH cég gyártmányai.

6. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 163 g 98 %-os hatóanyagtartalmu N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamátot és 20 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint, majd 35-40 °C hőmérsékleten kevertetjük 30 percig. Ezután hozzáadunk 20 g Emulsogén I-40 emulgeálószeret és újabb 30 percig kevertetjük, majd szűrjük.

200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 180 g.

Az Emulsogén I-40 emulgeálószer alkil-aril-szulfonsav kalciumsó és alkil-fenil-poli/glikol-éter/keveréke, a Hoechst cég gyártmánya.

7. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 146 g 98 %-os hatóanyagtartalmu N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamátot és 20 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 16 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint és 35-40 °C hőmérsékleten 30 percig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 8 g Atlox 3400 B és 12 g Atlox 4857 B emulgeálószeret és 35-40 °C hőmérsékleten 30 percig kevertetjük, majd szűrjük.

200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 159 g.

8. példa

A 7. példával azonos módon járunk el azzal az eltéréssel, hogy oldószerként 20 g kerozin helyett 20 g diklór-etánt alkalmazunk.

9. példa

A 7. példával azonos módon járunk el azzal az eltéréssel, hogy oldószerként 20 g kerozin helyett 20 g dimetil-formamidot alkalmazunk.

10. példa

A 7. példával azonos módon járunk el azzal az eltéréssel, hogy oldószerként 20 g kerozin helyett 20 g xilolt alkalmazunk.

11. példa

A 7. példával azonos módon járunk el azzal az eltéréssel, hogy oldószerként 20 g kerozin helyett 20 g klór-benzolt alkalmazunk.

12. példa

A 7. példával azonos módon járunk el azzal az eltéréssel,

hogy oldószerként 20 g kerozin helyett 20 g dimetil-szulfoxidot alkalmazunk.

13. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 73 g 98 %-os hatóanyagtartalmu N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamátot és 14 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 8 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint és 35-40°C hőmérsékleten 30 percig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 6 g Emulsogen I-40 emulgeálószeret és 35-40°C hőmérsékleten 25 percig kevertetjük, majd szűrjük. 100 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 80 g

14. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 146 g 98 %-os hatóanyagtartalmu N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamátot és 28 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 14,6 g N-/triklór-acetil/-hexametilen-imint és 30-35°C hőmérsékleten 15 percig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 12 g Emulsogen I-40 emulgeálószeret és 35-40°C hőmérsékleten 25 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 158 g.

15. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 146 g 98 %-os hatóanyagtartalmu N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamátot és 20 g xilolt, majd keverés közben hozzáadunk 14,6 g N-/klór-acetil/-hexametilen-imint és 35-40°C hőmérsékleten 30 percig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 8 g Atlox 3400 B és 12 g Atlox 4857 B emulgeálószeret és 35-40°C hőmérsékleten 30 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 158 g.

16. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 146 g 98 %-os hatóanyagtartalmu N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamátot és 20 g xilolt, majd keverés közben hozzáadunk 14,6 g N-acetil-hexametilen-imint és 35-40°C hőmérsékleten kevertetjük. Ezután hozzáadunk 8 g Atlox 3400 B és 12 g Atlox 4857 B emulgeálószeret és 35-40°C hőmérsékleten 30 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 158 g.

17. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 150 g N,N-hexametilen-S-etil-tiolkarbamátot és 18,5 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 12 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint és 25-30°C hőmérsékleten 15 percig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 4 g Atlox 3400 B és 16 g Atlox 4857 B emulgeálószeret és 25-30°C-on kevertetjük 15 percig, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 162 g.

18. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 150 g N,N-hexametilén-S-etil-tiolkarbamátot és 28,5 g xilolt, majd keverés közben hozzáadunk 92 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint és 35-40°C-on 30 percig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 6 g Atlox 3400 B és 24 g Atlox 4857 B emulgeálószer és 35-40°C-on 15 percig kevertetjük, majd szűrjük. 300 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 242 g.

19. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 36,7 g N,N-di/n-propil/-S-etil-tiolkarbamátot és 140 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 4 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint és 20-25°C hőmérsékleten feloldódásig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 8 g Atlox 3400 B és 12 g Atlox 4857 B emulgeálószer és 20-25°C hőmérsékleten 25 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 40,7 g.

20. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 176 g N,N-hexametilén-S-etil-tiolkarbamátot és 6 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 4 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint. 30 perces szobahőmérsékleten történő kevertetés után hozzáadunk 14 g Atlox 4857 B emulgeálószer. Ujabb 30 perces kevertetés után szűrjük, s így 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, mely össz hatóanyagtartalma 180 g.

21. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 80 g N,N-hexametilén-S-etil-tiolkarbamátot és 24 g dimetil-formamidot, majd keverés közben hozzáadunk 80 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint és szobahőmérsékleten 15 percig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 2 g Atlox 3400 B és 14 g Atlox 4857 B emulgeálószer, majd 30 perc kevertetés után szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 160 g.

22. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 176 g N,N-diizobutil-S-etil-tiolkarbamátot és 4 g dimetil-szulfoxidot, majd keverés közben hozzáadunk 4 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint. 30 percig szobahőmérsékleten kevertetjük, utána hozzáadunk 3 g Atlox 4857 B és 13 g Atlox 3400 B emulgeálószer. Ezután 35-40°C-on kevertetjük 30 percig, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz hatóanyagtartalma 180 g.

23. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 145 g N,N-diizobutil-S-etil-tiolkarbamátot és 20 g xilolt, keverés közben hozzáadunk 15 g N-/diklór-acetil/-hexametilen-imint. Az elegyet szobahőmérsékleten fél óráig kevertetjük, majd hozzá-

adunk 4 g Atlox 4857 B és 16 g Atlox 3400 B emulgeálószeret. Ujabb 30 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk 160 g össz-hatóanyagtartalommal.

24. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 70 g N,N-diizobutil-S-etil-tiolkarbamátot és 20 g klór-benzolt, majd keverés közben hozzáadunk 70 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint. 30 percig kevertetjük szobahőmérsékleten, majd hozzáadunk 4 g Atlox 3400 B és 16 g Atlox 4857 B emulgeálószeret. Ismét 30 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz-hatóanyag tartalma 140 g.

25. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 176 g N,N-di/n-propil/-S-/n-propil/-tiolkarbamátot és 8 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 4 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint. 35-40°C-on kevertetjük 15 percig, utána hozzáadunk 12 g Tensiofix 7438 emulgeálószeret. Fél óráig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk 180 g össz-hatóanyagtartalommal. A Tensiofix 7438 alkil-fenol-oxietilén-oxipropilén-kondenzátum és alkil-aril-szulfonsavkalciumsó keveréke a Tensia S.A cég gyártmánya.

26. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 145 g N,N-di/n-propil/-S-/n-propil/-tiolkarbamátot és 24 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 15 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint. Szobahőmérsékleten 30 percig kevertetjük, utána hozzáadunk 16 g Tensiofix 7438 emulgeálószeret. Ujabb 30 perces kevertetés után szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk 160 g össz-hatóanyagtartalommal.

27. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 70 g N,N-di/n-propil/-S-/n-propil/-tiolkarbamátot, valamint 20 g xilolt és 20 g dimetil-formamidot. Keverés közben hozzáadunk 70 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint. A kevertetést 30 percig folytatjuk szobahőmérsékleten; ezután pedig hozzáadunk 20 g Tensiofix 7438 emulgeálószeret. Ujabb 30 percig kevertetjük, majd szűrjük. 200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz-hatóanyag tartalma 140 g.

28. példa

Keverővel, hőmérővel ellátott gömblombikba bemérünk 36,7 g N,N-diizobutil-S-etil-tiolkarbamátot és 140 g kerozint, majd keverés közben hozzáadunk 4 g N-/diklór-acetil/-hexametilén-imint és 20-25°C hőmérsékleten feloldódásig kevertetjük. Ezután hozzáadunk 8 g Atlox 3400 B és 12 g Atlox 4857 B emulgeálószeret és 20-25°C hőmérsékleten 25 percig kevertetjük, majd szűrjük.

200 g emulziókoncentrátumot kapunk, melynek össz-hatóanyag-tartalma 40,7 g.

29. példa

A 28. példában leírtak szerint járunk el azzal az eltéréssel, hogy a 36,7 g N,N-diizobutil-S-etil-tiolkarbamát helyett, 36,7 g N,N-di/n-propil/-S-/n-propil/-tiolkarbamátot mérünk be.

Szabadalmi igénypontok

1. Folyékony gyomirtószer készítmény kétszikű gyomnövényekhez, mely két biológiailag aktív hatóanyagból, valamint folyékony vivőanyagból - előnyösen kerozinból, vagy alifás vagy aromás klórozott szénhidrogénből, vagy aromás szénhidrogénből, vagy dimetil-szulfoxidból, vagy dimetil-formamidból - és felületaktív anyagokból - előnyösen anionos és nem ionos tenzidek keverékéből - áll, azzal jellemezve, hogy hatóanyagként összesen 20-90 s% mennyiségben és /1:0,05/ - /1:0,64/ súlyarányban tartalmaz valamilyen /I/ általános képletű tiolkarbamátszármazékot, valamint /II/ általános képletű hexametilén-imin-származékot, az /I/ általános képletben:

R_1 és R_2 azonos vagy eltérő és 1-6 szénatomos alkilcsoportot vagy együttesen hexametilén-csoportot jelent; a /II/ általános képletben

R_3 , R_4 és R_5 azonos vagy eltérő és hidrogén- vagy klóratomot jelent.

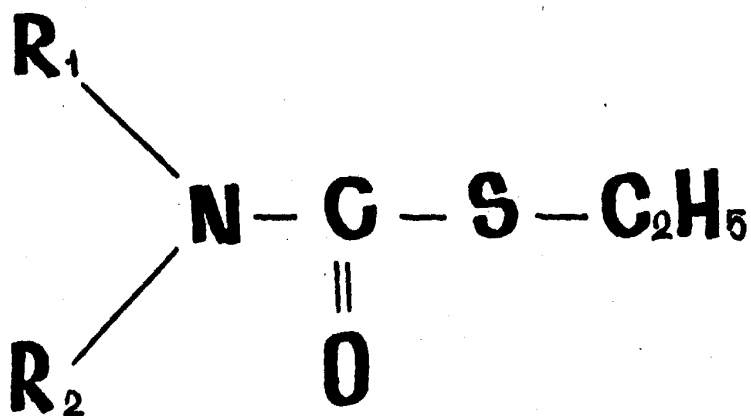
2. Az 1. igénypont szerinti készítmény kiviteli alakja, azzal jellemezve, hogy 20-90 s% mennyiségben és /1:0,05/ - /1:0,64/ súlyarányban /I/ általános képletű tiolkarbamátszármazékot és /II/ általános képletű hexametilén-imin-származékot, - az /I/ és /II/ általános képletben R_1 , R_2 , R_3 , R_4 és R_5 jelentése a fentiekkel megegyező -, valamint 0-70 s% mennyiségben folyékony vivőanyagot - célszerűen kerozint, vagy alifás vagy aromás klórozott szénhidrogént, vagy aromás szénhidrogént, vagy dimetil-szulfoxidot, vagy dimetil-formamidot - és 5-10 s% mennyiségben felületaktív anyagot - célszerűen anionos és nem ionos tenzidek keverékét - tartalmaz.

1 db rajz

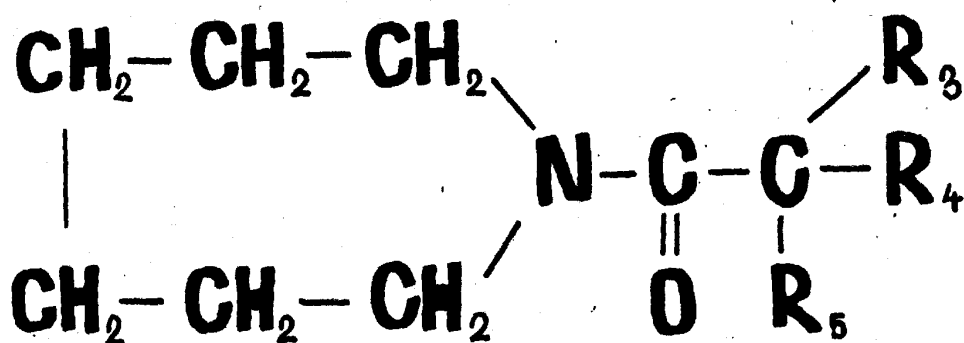
F.k.: Himer Zoltán
Országos Találmányi Hivatal

KÓDEX

1/1



(I.)



(II.)