

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

251953
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 47/26

(22) Prihlášené 25 09 84
(21) (PV 7192-84)

(40) Zverejnené 18 12 86

(45) Vydané 15 09 88

(75)

Autor vynálezu

POÓR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby fungicidu na báze tetrametyltiuramdisulfidu
vo forme tekutého dispergovateľného koncentráту

1

2

Spôsob výroby fungicidu na báze tetrametyltiuramdisulfidu vo forme dispergovateľného koncentráту, pričom sa postupuje tak, že sa kondenzuje dimetylamín, hydroxid alkalický a sírouhlík za vzniku dimetylditiokarbamidánu sódného, ktorý sa po oddelení nezreagovaného CS₂ oxiduje oxidačným činidlom za vzniku suspenzie tetrametyltiuramdisulfidu, ku ktorej sa pridajú neionogenné tenzidy a po mokrom mletí sa pridá formaldehyd, etylénglykol a polysacharid, po homogenizácii sa získa dispergovateľný koncentrát na báze tetrametyltiuramdisulfidu.

Vynález sa týka spôsobu výroby organického fungicidu na báze dialkylditiokarbamidánu, ktorý sa finalizuje do formy tekutého dispergovateľného koncentrátu.

Dialkylditiokarbamidany, thiuramy sa používajú ako organické fungicidy proti plesni tabakovej, plesni šedej, proti rôznym hubovitým ochoreniam, proti chorobám zo skupiny stebolamov, proti chorobám klasov i listov ako i proti sneti ovocnej.

Prípravky na báze tetrametyltiuramdisulfidu sa používajú ako moridlá, pričom sa vyrábajú vo forme kvapalného moridla napr. Agronex HT 30, alebo vo forme moridla práškoveho dispergovateľného koncentrátu, napr. Benlate T, Funabent, Vítavax. Ďalej sa uvedená látka vyrába vo forme moridla práškoveho, ako napríklad Hermal, alebo ako dispergovateľný prášok — Wolfen, Thiran 85, Radotiran, Pomarsol Forte WP.

Nevýhodou dosiaľ vyrábaných moridiel na báze tetrametyltiuramdisulfidu je, že pokiaľ sú vyrábané vo forme kvapalného moridla dosahujú nízky obsah účinnej látky. Moridlá práškove dispergovateľné, moridlá práškove, majú nevýhodu z hľadiska manipulácie s práškami, jednak pri výrobe, ako i pri aplikácii.

Zistili sme, že dialkylditiokarbamidán možno vyrobiť vo forme tekutého dispergovateľného koncentrátu podľa predmetu vynálezu, čo prináša radu výhod pri výrobe ako i pri samotnej aplikácii. Prípravok zabezpečuje homogenitu aplikácie. Odstraňuje nevýhody práškových výrobkov.

Spôsob výroby fungicidu na báze tetrametyltiuramdisulfidu vo forme tekutého dispergovateľného koncentrátu, spočíva v kondenzácii vodného roztoku dimetylamínu, roztoku hydroxidu alkalického a sírouhlíka. Koncentrácia vodného roztoku dimetylamínu je 15 až 60 % hmotnostných. Alkalickým hydroxidom môže byť hydroxid sodný, draselný, amónny, pričom môže byť použitý i nasýtený roztok alkalického hydroxidu. Molárny pomer reagujúcich zložiek dimetylamínu, hydroxidu alkalického a sírouhlíka je 1 ku 1,0 až 1,2 ku 1 výhodne 1 ku 1 ku 1.

Kondenzácia reagujúcich zložiek sa uskutočňuje za miešania pri teplote miestnosti, pričom pozvoľna vystúpi na 40 °C. Reakciou vznikne dimetylditiokarbamidán alkalický v koncentracii 25 až 40 % hmotnostných, po oddelení nezreagovaného sírouhlíka sa roztok dimetylditiokarbamidánu alkalického ďalej oxiduje oxidačným činidlom. Ako oxidačné činidlo môže byť použitý peroxid vodíka, chlórnan sodný, zmes kyslíčnikov dusíka, alebo organické peroxidy. Výhodne sa použije na oxidáciu peroxid vodíka, alebo chlórnan sodný. Molárny pomer medzi dime-

tylditiokarbamidánom alkalickým a oxidačným činidlom napríklad H_2O_2 je 2 ku 1.

Oxidácia dimetylditiokarbamidánu alkalického na tetrametyltiuramdisulfid prebieha pri teplote 5 až 40 °C za miešania. Po oxidácii sa do vzniknutej suspenzie, ktorej koncentrácia sa výhodne pohybuje v rozsahu 40 až 50 % hmotnostných, za miešania pridá 0,8 až 6,5 % neionového tenzidu, po premiešaní sa suspenzia tetrametyltiuramdisulfidu melie mokrým mletím rýchlosťou 2 až 5 l/min., výhodne 3 l/min. na perlových mlynoch napríklad DYNO-mlyny.

Do premlatej suspenzie tetrametyltiuramdisulfidu sa pridá 5 až 12 % hmotnostných etylénglykolu, 0,1 až 0,5 % formaldehydu, 0,1 až 5 % polysacharidu, produkt sa doriedi vodou na požadovanú koncentráciu a homogenizuje. Je výhodné polysacharid pred pridaním do suspenzie rozsuspenderovať do etylénglykolu a potom pridať do vodnej suspenzie tetrametyltiuramdisulfidu.

Predmet vynálezu dokumentujú nasledujúce príklady prevedenia.

Príklad 1

Do 1-litrovej trojhrdlej banky opatrenej miešadlom a teplomerom, dávkovacím lievikom na suroviny sa nadávkovalo 50 ml vody, ďalej sa pridalo 2,32 mólu NaOH vo forme 40 % vodného roztoku a 104,3 g [2,32 mólu] dimetylamínu 100 % vo forme 40 % vodného roztoku. Počas pridávania sa udržiavala teplota vodným kúpeľom v rozmedzí 15 až 22 °C.

Po nadávkovaní týchto surovín sa za miešania pridával postupne CS_2 , pričom počas 1 hodiny sa pridalo 183 g CS_2 (2,4 mólu). Počas pridávania CS_2 sa reakčná zmes miešala a chladila vodným kúpeľom tak, že teplota neprekročila 20 °C. Po doriedení 50 ml vody sa zistila koncentrácia dimetylditiokarbamidánu sodného, ktorá bola 40,3 % hmotnostných. Obsah voľného CS_2 bol 0,2 %. Po odsedimentovaní CS_2 a jeho oddelení sa roztok dimetylditiokarbamidánu sodného oxidoval peroxidom vodíka, a to tak, že sa do roztoku dimetylditiokarbamidánu sodného pridalo 1,7 mólu H_2O_2 za miešania, pričom teplota postupne vystúpila na 27 °C. Do vzniknutej suspenzie tetrametyltiuramdisulfidu sa pridalo 14 g neionogénneho tenzidu Slovniku a Slovazelu, ktoré boli v pomere 6 : 2, zmes sa premlela mokrým mletím a ďalej sa pridalo 7,2 g etylénglykolu a 0,8 g polysacharidu (Rodopol 23). Produkt sa zhomogenizoval a podrobil analýze. Produkt obsahoval 38,9 % tetrametyltiuramdisulfidu, pričom suspenzná stálosť 1 % roztoku bola 94 perc.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob výroby fungicídu na báze tetrametyliuramdisulfidu vo forme tekutého dispergovateľného koncentráту vyznačený tým, že sa kondenzuje 60 až 15 % vodný roztok dimetylamínu, roztokom hydroxidu alkalického a sírouhlíka, pričom molárny pomer reagujúcich zložiek dimetylamínu : hydroxidu alkalického : sírouhlíka je 1 : 1 až 1,2 : 1 pri teplote 5 až 40 °C, po odsedimentovaní a oddelení nezreagovaného sírouhlíka sa ďalej vniknutý roztok dimetylditiokarbamidánu alkalického oxiduje oxidačným činidlom, ktoré sa pridáva v molárnom pomere

ku dimetylditiokarbamidánu alkalickému 2 ku 1,0 za miešania pri teplote 5 až 40 °C, ďalej sa pridá 0,8 až 6,5 % neionového tenzidu, 5 až 12 % hmotn. etylénglykolu, 0,1 až 0,5 % formaldehydu, 0,1 až 5 % polysacharidu, produkt sa riedi vodou a homogenizuje.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa ako oxidačné činidlo použije peroxid vodíka alebo chlórňan sodný.

3. Spôsob podľa bodov 1 a 2 vyznačený tým, že sa polysacharid rozsuspenderuje do etylénglykolu.