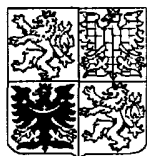


PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

287 100

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1994 - 3283

(22) Přihlášeno: 08.04.1994

(30) Právo přednosti:
23.04.1993 US 1993/052446

(40) Zveřejněno: 12.07.1995
(Věstník č. 7/1995)

(47) Uděleno: 11.07.2000

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 13.09.2000
(Věstník č. 9/2000)

(86) PCT číslo: PCT/US94/03880

(87) PCT číslo zveřejnění: WO 94/24866

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:
A 01 N 43/40
C 07 D 213/73

///(A 01 N 43/40, A 01 N 25:02, A 01
N 25:12, A 01 N 25:14, A 01 N 37:48,
A 01 N 43:90)

(73) Majitel patentu:

DOW AGROSCIENCES LLC., Indianapolis, IN,
US;

(72) Původce vynálezu:

Mulqueen Patrick J., Oxon, GB;
Banks Graham, Uffington, GB;
Davies John, Watlington, GB;
Paterson Eileen A., Grove, GB;
Snel Marten, Wantage, GB;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA, a.s., Jívenská 1, Praha 4,
14021;

(54) Název vynálezu:

**Herbicidní přípravek a způsob regulace
nežádoucí vegetace**

(57) Anotace:

Herbicidní přípravky s obsahem fluroxypyru, které obsahují ester fluroxypyru, který je za teplot okolí kapalný, jako je 1-butoxy-2-propyl-ester nebo 2-ethylhexylester, a které obsahují snížená množství organického rozpouštědla nebo neobsahují žádné organické rozpouštědlo. Tyto prostředky mají dobré fyzikální vlastnosti a jsou vysoce účinnými herbicidy.

CZ 287100 B6

Herbicidní přípravek a způsob regulace nežádoucí vegetace

Oblast techniky

5

Tento vynález se týká herbicidního přípravku a jeho použití pro regulaci nežádoucí vegetace.

Dosavadní stav techniky

10

Zemědělské chemikálie, jako jsou herbicidy, insekticidy a fungicidy, se typicky kombinují s nosiči a pomocnými činidly, čímž se získá produkt před prodejem konečnému uživateli. Používaná pomocná činidla a používané nosiče přidávají na ceně a v některých případech způsobují, že tyto produkty jsou méně ekologicky žádoucí. Na druhé straně tyto přísady často pozitivně přispívají k účinnosti připraveného produktu. Organická rozpouštědla, zvláště uhlovodíková rozpouštědla, která se typicky nacházejí v zemědělských prostředcích, jsou příklady nosičů, které mají tyto vlastnosti. Příprava takových zemědělských prostředků, které obsahují velmi malá množství nebo vůbec neobsahují organické rozpouštědlo, a zvláště pak žádná uhlovodíková nebo chlorovaná uhlovodíková rozpouštědla, ale které jsou alespoň tak účinná jako připravené produkty s těmito rozpouštědly, jako žádoucí.

Fluroxypyr, což je [(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]octová kyselina, je komerčně dostupným herbicidem, který je v současné době prodáván jako 1-methylheptylester ve formě emulgovatelného koncentrovaného prostředku, obsahujícího 180 g ekvivalentu kyseliny na litr prostředku. Bylo zjištěno, že emulgovatelné koncentrované prostředky, obsahující vyšší množství tohoto esteru a obvyklá rozpouštědla, nejsou vhodné vzhledem k omezené rozpustnosti. USA patent 4 108 629 navrhuje, že lze připravit emulgovatelné koncentrované prostředky, které obsahují od 2 do 50 % hmotn. esterů fluroxypyru, ale popisuje pouze takové prostředky, které obsahují až 25 % hmotn.

30

Prostředky ve formě smáčitelného prášku a ve vodě dispergovatelných granulí, které obsahují fluroxypyr ve formě 1-methylheptylesteru, nejsou komerčně používány, protože nejsou tak účinné jako kapalné prostředky. Účinnost těchto prostředků lze zlepšit přidáním nízkotěkavého organického rozpouštědla, ale to není žádoucí, protože vede shora uvedených nevýhod těchto rozpouštědel snižují množství esteru fluroxypyru, které může být v produktu obsaženo, a stále si ještě zachovávají přijatelné fyzikální vlastnosti.

35

Podstata vynálezu

40

Nyní bylo zjištěno, že lze připravit jak kapalné, tak pevné herbicidní přípravky fluroxypyru, které obsahují snížené množství organického rozpouštědla nebo vůbec neobsahují organické rozpouštědlo, ale které mají dobré fyzikální vlastnosti a jsou vysoce účinné, jestliže se jako účinná složka použije ester fluroxypyru, který je za teploty místnosti kapalný. Takové estery mají teploty tání pod 25 °C a jsou zde označovány jako kapalné estery.

45

Mezi zlepšené herbicidní přípravky podle vynálezu patří zemědělské prostředky ve formě emulgovatelného koncentrátu, koncentrované vodné emulze, smáčitelného prášku a ve vodě dispergovatelných granulí, které obsahují fluroxypyr, popřípadě v kombinaci s jedním nebo více dalšími sloučeninami herbicidů, přičemž fluroxypyr je ve formě esteru, který je kapalný pro 25 °C. Zvláště se tento vynález týká takových emulgovatelných koncentrovaných prostředků, které obsahují alespoň 40 % hmotn. esteru fluroxypyru, prostředků ve formě koncentrovaných vodných emulzí, které obsahují alespoň 50 % hmotn. esteru fluroxypyru v emulgované fázi,

50

a prostředků ve formě smáčitelného prášku nebo dispergovaných granulí, které neobsahují žádné organické rozpouštědlo.

5 Zlepšené zemědělské prostředky podle vynálezu se používají ve zlepšeném způsobu regulace nežádoucí vegetace fluroxypyrem, který spočívá v tom, že se nežádoucí vegetace uvádí do kontaktu s rozprašovacím roztokem, který se připraví zředěním zemědělského prostředku fluroxypyru, který obsahuje fluroxypyr ve formě esteru, který je kapalný při 25 °C, popřípadě v kombinaci s jedním nebo více dalšími slučitelnými herbicidy, vodou.

10 Mezi výhodné kapalné estery fluroxypyru patří 1-butoxy-2-propylester, 1-butoxy-2-butylester a 2-ethylhexylester.

Připravené zemědělské produkty podle tohoto vynálezu obsahují ester fluroxypyru, který je kapalný při 25 °C. Mezi vhodné estery patří 1-butoxy-2-propyl-, 1-butoxy-2-butyl-, 1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propyl-, 1-(1-butoxy-2-propoxy)-2-propyl-, 1-(1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propoxy)-2-propyl-, 1-(1-(1-butoxy-2-propoxy)-2-propoxy)-2-propyl- a 2-ethylhexyl-estery. Tyto estery se připravují z následujících alkoholů: 1-butoxy-2-propanolu (monobutyletheru 1,2-propylenglykolu, DowanolTM PnB), 1-butoxy-2-butanolu (monobutyletheru 1,2-butylenglykolu, DowanolTM BnB), 1-(1-methoxy-2-propoxy)-propanolu (monomethyletheru dipropylenglykolu, DowanolTM DPM), 1-(1-butoxy-2-propoxy)-2-propanolu (monobutyletheru dipropylenglykolu, DowanolTM DPnB), 1-(1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propoxy)-2-propanolu (monomethyletheru tripropylenglykolu, DowanolTM TPM), 1-(1-(1-butoxy-2-propoxy)-2-propoxy)-2-propanolu (monobutyletheru tripropylenglykolu, DowanolTM TPnB) a 2-ethylhexanolu.

25 Žádný z těchto esterů, s výjimkou 2-ethylhexylesteru, který taje při 19 °C, nekrytaluje při ochlazení pod 0 °C. Typicky výhodným esterem je 1-butoxy-2-propylester, 1-butoxy-2-butylester a 2-ethylhexylester.

30 Prostředky podle tohoto vynálezu jsou zlepšenými prostředky ve srovnání s dosud známými produkty, protože snižují množství organických rozpouštědel nebo odstraňují organická rozpouštědla, která jsou ekologicky nežádoucí, jsou koncentrovanější a jsou tedy ekonomičtější pro zasílání a skladování, obvykle jsou účinnější a umožňují připravovat stabilní kombinaci produktů s jinými herbicidy.

35 Estery fluroxypyru podle tohoto vynálezu se mohou snadno připravovat způsoby známými odborníkům, včetně způsobu, popsaného v publikované evropské patentové přihlášce č. 441 457, která obsahuje přípravu methyl- nebo ethyl-esteru alkylací soli 4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinolumethyl- nebo ethyl-chloroetanem a následující transesterifikací žádaným alkoholem.

40 Prostředky ve formě emulgovatelného koncentrátu podle tohoto vynálezu zahrnují všechny takové prostředky, které obsahují alespoň 40 % hmotn. kapalného esteru fluroxypyru. Prostředky ve formě emulgovatelných koncentrátů, obsahující alespoň 50 % hmotn. jsou výhodné, výhodnějšími jsou prostředky, obsahující 65 nebo více % hmotn. Tyto prostředky jsou dále obecně charakterizovány tím, že obsahují ne více než 55 % hmotn. rozpouštědla, s výhodou ne více než 45 % hmotn. rozpouštědla, výhodněji ne více než 30 % hmotn. rozpouštědla. Mohou se připravovat prostředky ve formě emulgovatelného koncentrátu, které neobsahují žádné přidané rozpouštědlo. Tyto prostředky jsou částí tohoto vynálezu.

50 Mezi rozpouštědla, která se mohou používat v emulgovatelných prostředcích podle tohoto vynálezu, patří všechna zemědělsky přijatelná rozpouštědla, v nichž jsou esterové aktivní složky znatelně rozpustné. Patří sem naftová rozpouštědla typu xylenů (jako je SolvessoTM 100 nebo 150), typy naftalenů (jako je SolvessoTM 200), rostlinné oleje (jako je konopný olej,

podzemnicový olej a bavlněný olej), deriváty rostlinných olejů (jako je methyloleát a methyl-laurát), glykolethery (jako je monobutylether propylenglykolu (DowanolTM PnB) a monomethyl-ether dipropylenglykolu (DowanolTM DPM)), diethery glykolu (jako je dimethylether dipropylenglykolu (ProglydeTM DMB)), cyklohexanon, N-methyl-2-pyrrolidinon a podobné. Zemědělsky přijatelným rozpouštědlem je rozpouštědlo, které vyhovuje požadavkům pro používání v zemědělských produktech alespoň v jedné zemi.

Prostředky ve formě emulgovatelného koncentrátu podle tohoto vynálezu, na které se někdy odkazuje také jako na EC prostředky, vyžadující přítomnost jednoho nebo více povrchově aktivních činidel, která způsobují, že roztoky po zředění vodou vytvoří emulzi. Může se používat jakékoliv zemědělsky přijatelné povrchově aktivní činidlo nebo kombinace povrchově aktivních činidel, která je účinná při přípravě uspokojivé emulze. Mezi příklady povrchově aktivních činidel, která se mohou používat, patří soli alkylsulfátů (jako jsou diethanolaminové soli oktaedecylsulfonátu), soli alkylarylsulfonových kyselin (jako je dodecylbenzensulfonát vápenatý), adiční produkty alkylfenolu s alkylenoxidem (jako je nonylfenol-C₁₈-ethoxylát), adiční produkty alkoholu s alkylenoxidem (jako je tridecylalkohol-C₁₆-ethoxylát), dialkylestery sulfojantarové kyseliny (jako je di-2-ethylhexylsulfosukcinát sodný), estery sorbitolu (jako je oleát sorbitolu), polyalkylenestery mastných kyselin (jako je stearát polyethylenglykolu), blokové kopolymery ethylenoxidu a propylenoxidu a soli mono- a dialkylfosforečnanových esterů (jako je di-2-ethylhexyl-fosforečnan draselný). Mezi některé specifické příklady patří dialkylsulfosukcináty alkalického kovu, prodávané pod názvem AnonaidTM, blokové kopolymery ethylenoxidu a propylenoxidu, prodávané pod názvy PluronicTM a AtloxTM, roubované kopolymery kyseliny akrylové a polyalkylenoxidů, prodávané pod názvem AtloxTM, a ethoxyláty mastných alkoholů, prodávané pod názvem AtloxTM. Výhodnými jsou obecně směsi iontových a neiontových povrchově aktivních činidel. Mezi některé specifické příklady patří směsi dodecylbenzen-sulfonátu vápenatého a blokových kopolymerů ethylenoxidu a propylenoxidu, prodávané pod mnoha názvy, včetně AtloxTM a TensiofixTM. Zemědělsky přijatelná povrchově aktivní činidla jsou taková povrchově aktivní činidla, která vyhovují požadavkům pro používání v zemědělských produktech alespoň v jedné zemi.

Povrchově aktivní činidla jsou typicky přítomná v prostředcích typu emulgovatelných koncentrátů v koncentracích od 1 do 20 % hmotn.

Prostředky ve formě emulgovatelných koncentrátů podle tohoto vynálezu mohou popřípadě obsahovat další zemědělsky přijatelná pomocná činidla, která se obvykle používají v připravených zemědělských produktech, jako jsou protipěnová činidla, slučitelná činidla, ochranná činidla, neutralizující činidla a pufry, inhibitory koroze, barviva, vůně, pomocná činidla, napomáhající pronikání, rozprašovací činidla, dispergační činidla, zahušťovací činidla, činidla snižující teplotu tuhnutí, antimikrobiální činidla, obilný olej a podobné.

Mezi koncentrované vodné emulzní prostředky podle tohoto vynálezu, na které se někdy odkazuje jako na EW prostředky, patří takové prostředky, které obsahují alespoň 50 % hmotn. kapalného esteru fluroxypyru v emulgované fázi. Koncentrované vodné emulzní prostředky, obsahující alespoň 65 % hmotn. esteru fluroxypyru v emulgované fázi, jsou výhodnými prostředky, výhodnější jsou ty, které obsahují alespoň 80 % hmotn. a typicky nejvýhodnější ty, které obsahují alespoň 90 % hmotn. Pro účely tohoto výpočtu se předpokládá, že povrchově aktivní činidlo je v emulgované fázi. Tyto prostředky se dále vyznačují tím, že obsahují ne více než 35 % hmotn. rozpouštědla, s výhodou ne více než 30, výhodněji ne více než 15 a obecně nejvýhodněji ne více než 5 % hmotn. rozpouštědla v emulgované fázi. V mnoha případech je výhodné, jestliže se k emulgované fázi nepřidává žádné rozpouštědlo. Může se používat jakékoliv zemědělsky přijatelné rozpouštědlo, které není mísitelné s vodou a ve kterém jsou estery účinné složky přijatelně rozpustné. Rozpouštědla, která jsou zde uvedena jako vhodná pro emulgovatelné koncentráty, jsou obvykle také vhodná pro koncentrované vodné emulze.

Prostředky ve formě koncentrovaných vodných emulzí vyžadují přítomnost jednoho nebo více povrchově aktivních činidel, která jsou schopna vytvořit koncentrovanou emulzi stabilní při skladování a která jsou dále schopna vytvořit zředěnou emulzi po zředění vodou. Může se používat jakékoliv zemědělsky přijatelné povrchově aktivní činidlo nebo kombinace povrchově aktivních činidel, které jsou účinné při výrobě žádaného provedení emulze. Mezi vhodná povrchově aktivní činidla patří ty typy, které jsou uvedeny jako užitečné pro emulgovatelné koncentráty. Často jsou výhodnými blokové kopolymery ethylenoxidu a propylenoxidu. Typickou koncentrací povrchově aktivních činidel v prostředku je 0,05 až 10 % hmotn.

Prostředky ve formě koncentrovaných vodných emulzí podle definice vyžadují přítomnost vodného prostředí jako kontinuální fáze. Musí být přítomno dostatečné množství vodné fáze, aby to umožnilo vytvoření emulze oleje ve vodě stabilní při skladování. Je možná přítomnost až 79,95 % hmotn. emulgované organické fáze v konečných připravených produktech podle tohoto vynálezu, s výhodou pod 70 % hmotn., výhodněji mezi 20 a 60 % hmotn.

Vodné prostředí prostředků ve formě koncentrované vodné emulze typicky obsahuje činidla snižující teplotu tuhnutí, jako je propylenglykol, ethanol, propanol, ethylenglykol, glycerol, močovina a chlorid amonný. Výhodným je často propylenglykol. Může se však používat jakékoliv zemědělsky přijatelné činidlo snižující teplotu tuhnutí, které nedestabilizuje emulzi nebo nesnižuje účinnost produktu. Vodné prostředí typicky obsahuje také zahušťovací činidlo, které pomáhá stabilizovat emulzi. Obecně se pro tento účel používají ve vodě rozpustné nebo ve vodě dispergovatelné polymery, jako je polyvinylalkohol, polyvinylpyrrolidon, xanthanová guma, guarová guma, methylcelulóza a hydroxymethylcelulóza. Obvykle je výhodným polyvinylalkohol. Mohou se používat také další zahušťovací činidla včetně hlinek, jako je bentonit, gum, jako je VeegumTM, a derivátů celulózy, jako je AvicelTM.

Prostředky ve formě koncentrovaných vodných emulzí mohou obsahovat také další slučitelná pomocná činidla, jako jsou například ta, jejichž seznam je uveden u prostředků ve formě emulgovatelných koncentrátů.

Prostředky zemědělských produktů ve formě smáčitelného prášku a ve vodě dispergovatelných granulí podle tohoto vynálezu, na které se často odkazuje je na WP a WG (nebo WDG) prostředky, obvykle obsahují 20 až 80 % hmotn. kapalného esteru fluroxypyru v kombinaci s jemně rozemletým pevným nosičem, jako je hlinka nebo oxid křemičitý. Typickými jsou kaolin a srážený oxid křemičitý, jako ten, který je prodáván pod názvem SipernatTM. Pevné prostředky tohoto typu, které obsahují vyšší koncentrace kapalných esterů fluroxypyru, jsou obvykle kontraindikovány, protože mají tendenci aglomerovat. Výroba takových prostředků, obsahujících nižší koncentrace, bývá neekonomická. Obecně je výhodné, jestliže je ester fluroxypyru přítomen v koncentraci 35 až 65 % hmotn.

Prostředky ve formě smáčitelného prášku se mohou připravovat vysušením rozprášením vodné emulze kapalného esteru fluroxypyru, který obsahuje ve vodě rozpustný polymer, jako je polyvinylalkohol, ve vodné fázi. Ve vodě dispergovatelné granule se mohou získávat aglomerací takto získaných produktů. Výhodnými jsou obvykle takové produkty, které obsahují 40 až 80 % hmotn. esteru fluroxypyru.

Zemědělské produkty ve formě prostředků smáčitelného prášku a ve vodě dispergovatelných granulí vyžadují přítomnost povrchově aktivního činidla. Může se použít jakékoliv zemědělsky přijatelné povrchově aktivní činidlo, které je schopno vytvořit suspenzi pevných částic, jestliže se produkt zředí vodou, a které je slučitelné s dalšími složkami prostředku. Obecně jsou užitečnými ta povrchově aktivní činidla, jejichž seznam je shora uveden u emulgovatelných koncentrátů. Často jsou výhodnými směsi iontových i neiontových povrchově aktivních činidel na nosiči vysráženého oxidu křemičitého. Povrchově aktivní činidla jsou obvykle přítomna v množství 3 až 20 % hmotn.

Další pomocná činidla se často používají v prostředcích ve formě smáčitelného prášku a ve vodě dispergovatelných granulí. Obecně se mohou používat také činidla, která napomáhají při dispergování těchto částic, činidla, která zabraňují spékání, činidla, která podporují volný tok, a další činidla, jako jsou například ta, která jsou shora uvedena u prostředků ve formě emulgovatelných koncentrátů.

Složení prostředků ve formě granulí, dispergovatelných ve vodě, je typicky velmi podobné složení prostředků ve formě smáčitelného prášku. Obvykle se připravují aglomerací smáčitelných prášků chemickými a/nebo fyzikálními způsoby.

Prostředky podle tohoto vynálezu jsou užitečné také při přípravě kombinovaných produktů, které vedle kapalného esteru fluroxypyru obsahují jeden nebo více slučitelných herbicidů. V tomto uspořádání se vyrobené prostředky podle tohoto vynálezu spojí s jinými slučitelnými herbicidy ve formě technických materiálů vyrobených prostředků. Získají se tak kombinované vyrobené prostředky. Přítomnost kapalného esteru fluroxypyru v prostředcích, obsahujících směs herbicidů, uděluje prostředkům jak chemickou, tak fyzikální stabilitu. Přítomnost kapalného esteru fluroxypyru často významně snižuje fytotoxicitu na žádoucí úroveň, se kterou se často setkáváme, jestliže se používají kombinované produkty, obsahující konvenční emulgovatelný koncentrát konvenčního esteru fluroxypyru. Výsledkem je, že se mohou připravovat komerčně přijatelné prostředky herbicidních směsí, které nejsou možné kvůli své chemické, biochemické nebo fyzikální neslučitelnosti, jestliže se používají konvenční estery fluroxypyru.

„Dalším slučitelným herbicidem“ je herbicid, který není solí nebo esterem fluroxypyrové kyseliny a který, jestliže je přítomen v prostředku, obsahujícím kapalný ester fluroxypyru, nemá komerčně významný škodlivý vliv na chemické a fyzikální vlastnosti prostředku a který nemá komerčně významný škodlivý vliv na úroveň herbicidní aktivity nebo selektivitu herbicidní aktivity kapalného esteru fluroxypyru.

Jsou možné kombinované produkty s rozmanitými herbicidy, včetně sulfonamidů (jako je flumetsulam a metosulam), sulfonylmočovin (jako je chlorsulfuron, metsulfuron-methyl, thifensulfuron, tribenuron, triasulfuron a amidosulfuron), bifenyletherů (jako je bifenox a fluroglykofen), fenoxalkanových kyselin a esterů (jako je 2,4-D, MCPA a MCPP), halogenovaných fenolesterů (jako je bromoxynil-oktanoát, ioxynil-heptanoát), močovin (jako je izoproturon, chlortoluron a methabenzthiazuron), triazinů (jako je cyanazin, atrazin a terbutryn), aryloxy-fenoxypropionátových esterů (jako je fenoxaprop, clodinafop, haloxyfop, diclofop a fluozafor), bromfenoximu, bentazonu, dicamby, diflufenicanu, flupoxamu, clopyralidu, triclopyru, glytosatu a glufosfinátu. Někdy jsou výhodné kombinované produkty s metosulamem a bifenoxem.

Fyzikální a chemické vlastnosti herbicidů, které jsou kombinovány s připravenými prostředky podle tohoto vynálezu, obecně určují, které typy prostředků by se měly používat (emulgovatelný koncentrát, koncentrovaná vodná emulze, smáčitelný prášek nebo ve vodě rozpustné granule). Koncentrace kapalného esteru fluroxypyru v těchto kombinovaných produktech je obvykle nižší než u prostředků, v nichž je jediná účinná složka. Celková koncentrace herbicidních sloučenin v kombinovaných produktech, které jsou emulgovatelnými koncentráty, je typicky alespoň 40 % hmotn., s výhodou alespoň 50 % hmotn., výhodněji alespoň 65 % hmotn. Celková koncentrace herbicidních sloučenin v produktech, které jsou koncentrovanými vodnými emulzemi, je typicky alespoň 50 % hmotn., z emulgovatelné fáze, s výhodou alespoň 65 % hmotn., výhodněji alespoň 80 % hmotn. a nejvýhodněji alespoň 90 % hmotn. Některé koncentrované vodné emulzní kombinované produkty neobsahují v emulgační fázi žádné přidané rozpouštědlo. Celková koncentrace herbicidních sloučenin v produktech, kterými jsou smáčitelné prášky nebo ve vodě dispergovatelné granule, je typicky alespoň 20 % hmotn., s výhodou alespoň 35 % hmotn.

Koncentrace účinné složky kapalného esteru fluroxypyru v prostředcích podle tohoto vynálezu se může vyjadřovat mnoha způsoby. Nejprůmějšší mírou je hmotnostní procento esteru v pevném prostředku nebo hmotnost esteru na jednotku objemu kapalného prostředku. Obvykle je však užitečnější uvádět koncentraci v pojmech ekvivalentu hmotnosti fluroxypyrové kyseliny v prostředku, jelikož kyselina je konečnou účinnou složkou. Ekvivalent fluroxypyrové kyseliny (ae) se vypočte vynásobením hmotnosti použitého specifického esteru fluroxypyru poměrem molekulové hmotnosti fluroxypyrové kyseliny (255,0) k molekulové hmotnosti tohoto esteru.

Prostředky podle tohoto vynálezu jsou užitečné pro regulaci a ničení nežádoucí vegetace. Před aplikací na nežádoucí vegetaci se obvykle ředí vodou, popřípadě obsahující zemědělsky přijatelná pomocná činidla, aby se získal rozprašovací roztok, obsahující herbicidně efektivní množství esteru fluroxypyru. Zředěné zemědělské prostředky se pak aplikují konvenčními způsoby, dobře známými odborníkům.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Příprava prostředků ve formě koncentrovaných emulzí oleje ve vodě (EW)

Prostředek A-PnB: Vodná směs se připraví tak, že se do 5,4 g vody přidá 0,1 g neiontového povrchově aktivního činidla, blokového kopolymeru propylenoxid-ethylenoxid; 0,1 g povrchově aktivního činidla, sodné soli dialkylsulfojantarové kyseliny; 0,1 g suspenzačního činidla, polyvinylalkoholu; a 0,3 g činidla snižujícího teplotu tuhnutí, propylenglykolu. K této směsi se přidá za intenzivního míchání 5,3 g 1-butoxy-2-propyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn. Získá se 10 ml stabilní emulze jemných kapiček s hustotou 1,13 kg/m³, které obsahují ekvivalent 360 g fluroxypyrové kyseliny na litr.

Prostředek A-EH: Postupuje se podle postupu, uvedeného pro přípravu prostředku A-PnB, až na to, že se jako ester přidá 2-ethylhexyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetát. Získá se 10 ml stabilní emulze jemných kapiček s hustotou 1,13 kg/m³, které obsahují ekvivalent 360 g fluroxypyrové kyseliny na litr.

Prostředek A-BnB: Postupuje se podle postupu, uvedeného pro přípravu prostředku A-PnB, až na to, že se jako ester přidá 5,5 g 1-butoxy-2-propyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn. a 5,6 g vody, ale nepoužije se žádný propylenglykol. Získá se 10 ml stabilní emulze jemných kapiček s hustotou 1,14 kg/m³, které obsahují ekvivalent 360 g fluroxypyrové kyseliny na litr.

Prostředek B-EH: Připraví se směs, která obsahuje 290 hmotn. dílů vody, 60 hmotn. dílů povrchově aktivního činidla, ethoxylátu mastného alkoholu, a 50 hmotn. dílů činidla snižujícího teplotu tuhnutí, propylenglykolu. K této směsi se za intenzivního míchání přidá směs, která obsahuje 200 hmotn. dílů methyloleátu a 520 hmotn. dílů 2-ethylhexyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn. Získá se stabilní emulze s hustotou 1,12 kg/m³, která obsahuje ekvivalent 360 g fluroxypyrové kyseliny na litr.

Příklad 2

Příprava prostředků ve formě emulgovatelných koncentrátů EC

- 5 Prostředek C-EH: Do nádoby se umístí methyllaurát (450 hmotn. dílů). Přidá se 100 hmotn. dílů směsi iontového povrchově aktivního činidla, dodecylbenzensulfonátu sodného, a neiontových povrchově aktivních činidel a 520 hmotn. dílů 2-ethylhexyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu. Získá se čirý roztok, který má hustotu 1,07 kg/m³ a který obsahuje ekvivalent 360 g fluroxyprokové kyseliny na litr.

10

Prostředek D-PnB: 10 ml čiré směsi se získá tak, že se smíchají následující složky: 8,0 g 1-butoxy-2-propyl[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn., 2,4 g methylbutyletheru dipropylenglykolu jako rozpouštědla, 1,2 g směsi dodecylbenzensulfonátu vápenatého jako iontového povrchově aktivního činidla a neiontových

15

povrchově aktivních činidel. Výsledná čirá emulgovatelná kapalina má hustotu 1,16 kg/m³ a obsahuje ekvivalent 540 g fluroxyprokové kyseliny na litr.

Prostředek D-EH: Postupuje se podle přípravy prostředku D-PnB s tím, že se použijí následující složky: 7,6 g 2-ethylhexyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn., 2,67 g dimethyletheru dipropylenglykolu jako rozpouštědla a 1,34 g směsi

20

povrchově aktivních činidel. Výsledná čirá emulgovatelná kapalina má hustotu 1,16 kg/m³ obsahuje ekvivalent 540 g fluroxyprokové kyseliny na litr.

Prostředek E-PnB: Směs dodecylbenzensulfonátu vápenatého jako iontového povrchově aktivního činidla a neiontových povrchově aktivních činidel (200 hmotn. dílů) se za míchání přidá ke 1040 hmotn. dílům 1-butoxy-2-propyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn. Získá se viskózní roztok, který má hustotu 1,24 kg/m³ a který obsahuje ekvivalent 720 g fluroxyprokové kyseliny na litr.

25

Prostředek F-BnP, F-DPM, F-EH a F-BnB: Pro přípravu EC prostředků se použije obecný postup, uvedený u přípravy prostředku D-EH. Získají se EC prostředky, které obsahují 540 g 1-butoxy-2-propyl-, 1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propyl, 2-ethylhexyl- a 1-butoxy-2-butyl-esterů. Jako povrchově aktivní činidlo se použije směs dodecylbenzensulfonátu vápenatého jako iontového povrchově aktivního činidla a neiontových povrchově aktivních činidel a jako rozpouštědlo se použije Progylde DMB (dimethylether dipropylenglykolu). Složení těchto

30

35

prostředků (při přípravě 10 ml prostředku) je uvedeno v následující tabulce:

	F-BnP	F-DPM	F-EH	F-BnB
hmotnost esteru (g)	8,1	8,3	7,0	8,3
hmotnost povrch. akt. činidla (g)	1,3	1,3	1,3	1,3
hmotnost rozpouštědla (g)	2,2	2,0	2,4	2,0

40

Příklad 3

Příprava prostředků ve formě smáčitelného prášku WP

Prostředek G-PnB: 1-Butoxy-2-propyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetát (58,0 g o čistotě 98 % hmotn.) se mírně zahřeje, aby se zlepšila jeho tekutost. Potom se spojí s 32,0 g vysráženého silikagelu v sekačce/mísiči s vysokou rychlostí. Jako činidlo pro smáčení/dispergování se přidá 10 g směsi solí alkylbenzensulfonových kyselin, solí alkylsulfátů a solí alkylbenzensulfonových kyselin, solí alkylsulfátů a solí nonylfenoethoxylát-sulfonátů (aniontová povrchově aktivní činidla) a nonylfenoethoxylátu (neiontové povrchově aktivní

45

čínidlo), adsorbovaných na vysráženém oxidu křemičitém. Směs se promíchá, aby se získal jemně rozemletý smáčitelný prášek, který obsahuje ekvivalent 40 % hmotn. fluroxyppyrové kyseliny.

- 5 Prostředek G-EH: Postupuje se podle postupu, popsaného při přípravě prostředku G-PnB, až na to, že se použije 57,5 g 2-ethylhexyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn., pouze 9,0 g čínidla pro smáčení/dispergování a 32,5 g vysráženého oxidu křemičitého. Získá se smáčitelný prášek, který obsahuje ekvivalent 40 % hmotn. fluroxyppyrové kyseliny.

- 10 Prostředek G-BnB: Postupuje se podle postupu, popsaného při přípravě prostředku G-PnB, až na to, že se jako ester použije 61,3 g 1-butoxy-2-butyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 96 % hmotn., pouze 9,0 g čínidla pro smáčení/dispergování a 29,7 g vysráženého oxidu křemičitého. Získá se smáčitelný prášek, který obsahuje ekvivalent 40 % hmotn. fluroxyppyrové kyseliny.

- 15 Prostředek G-DMP: Postupuje se podle postupu, popsaného při přípravě prostředku G-PnB, až na to, že se jako ester použije 61,3 g 1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu, pouze 9,0 g čínidla pro smáčení/dispergování a 29,4 g vysráženého oxidu křemičitého. Získá se smáčitelný prášek, který obsahuje ekvivalent 40 % hmotn. fluroxyppyrové kyseliny.

- 20 Prostředek H-PnB: Připraví se jednotná směs jemně rozemletého kaolinu (100 hmotn. dílů) a vysráženého oxidu křemičitého (290 hmotn. dílů). K této směsi se za míchání v sekačce/míchačce přidá 520 hmotn. dílů 1-butoxy-2-propyl-[(4-amino-3,5-dichlor-6-fluor-2-pyridinyl)oxy]acetátu o čistotě 98 % hmotn., a potom 90 hmotn. dílů směsi solí alkylbenzen-sulfonových kyselin, solí alkylsulfátů a solí nonylfenoletoxylát-sulfonátů (aniontová povrchově aktivní čínidla) a nonylfenoletoxylátu (neiontové povrchově aktivní čínidlo), adsorbovaných na vysráženém oxidu křemičitém. Produkt se promíchá, aby se získal volně tekoucí smáčitelný prášek, který obsahuje ekvivalent 36 % hmotn. fluroxyppyrové kyseliny.

Příklad 4

- 35 Herbicidní účinnost připravených produktů

- Rostliny, které se používají pro vyhodnocení účinnosti různých prostředků s fluroxyppyrovými estery, se nechají růst ve skleníku se spodním zavlažováním. Rostliny, které byly použity, a stadium jejich růstu, při kterém se používají k vyhodnocení v testech, jsou následující: Galium aparine, 2 až 3 přesleny (GALAP), Lamium purpureum, 4 až 8 listů (LAMP), Rumex obtusifolius, 2 až 12 listů (RUMOB), přičemž pod pojmem „listy“ se rozumí rozvinuté pravé listy.

- 45 Roztoky pro rozprašování se připraví zředěním odměřeného množství každého prostředku, který má být testován Letcombem, anglickou vodou z vodovodu, aby se dosáhlo žádaných nejvyšších koncentrací. Roztoky pro rozprašování, které obsahují menší množství účinné složky, se připraví z těchto roztoků seriálovým zředěním. Rostliny se postříkají horním rozprašovačem s tryskou TeeJetTM pod tlakem 200 kPa v zásobní nádobce množstvím, které odpovídá množství 200 litrů na hektar. Pro každý test se použije pět až sedm koncentrací rozprašovacího roztoku
- 50 a nezpracované kontroly pro srovnání. Každé testování se 5 až 10 krát zopakuje.

Herbicidní účinnost každé aplikace se stanoví 14 až 21 nebo 21 až 23 dnů po aplikaci pomocí stupnice hodnocení v rozmezí od 0 do 100, kde 0 znamená žádný účinek a 100 znamená úplné

zničení. Výsledná data byla analyzována statisticky a byly vypočteny hodnoty GR_{80} (koncentrace potřebná pro zničení z 80 %) nebo GR_{60} (koncentrace potřebná pro zničení ze 60 %). Výsledky při jedné dávce a vypočtené hodnoty GR jsou uvedeny v následujících tabulkách.

5

a) Herbicidní účinnost prostředků EC (21 dnů po aplikaci)

ester fluroxypyru	prostředek (příklad č.)	herbicidní účinnost při ekv. 200 g/ha		herbicidní účinnost GR_{80} ekv. g/ha	
		GALAP	LAMPU	GALAP	LAMPU
1-butoxy-2-propyl	ekv. 360 g/l (D-PnB)	99	97	48	91
2-ethylhexyl	ekv. 360 g/l (D-EH)	98	85	40	95
1-methylheptyl*	180 g/l (komerční prostředek)	100	86	40	132

* standard pro srovnání

10

b) Herbicidní účinnost prostředků B EC (23 dnů po aplikaci)

ester fluroxypyru	prostředek (příklad č.)	herbicidní účinnost při ekv. 180 g/ha		herbicidní účinnost GR_{60} ekv. g/ha	
		GALAP	RUMOB	GALAP	RUMOB
1-butoxy-2-propyl	ekv. 540 g/l (F-PnB)	78	80	52	32
2-ethylhexyl	ekv. 540 g/l (F-EH)	87	76	34	20
1-butoxy-2-butyl	ekv. 540 g/l (F-BnB)	78	76	32	32
1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propyl	ekv. 540 g/l (F-DPM)	84	78	55	63
1-methylheptyl*	180 g/l (komerční prostředek)	86	80	67	25

15

* standard pro srovnání

c) Herbicidní účinnost prostředků EW (14 dnů po aplikaci)

ester fluroxypyru	prostředek (příklad č.)	herbicidní účinnost při 180 (#) na 200 g/ha		herbicidní účinnost GR ₆₀ ekv. g/ha	
		GALAP	RUMOB	GALAP	RUMOB
1-butoxy-2-propyl	ekv. 360 g/l (A-PnB)	93	86	<25	87
2-ethylhexyl	ekv. 360 g/l (A-EH)	92	93	48	83
1-butoxy-2-butyl	ekv. 360 g/l (A-BnB)	94#	87#	35	38
1-methylheptyl*	360 g/l (koncentrát vodné suspenze)	78	73	158	>400

* standard pro srovnání

5

d) Herbicidní účinnost prostředků WP (21 až 23 dnů po aplikaci)

ester fluroxypyru	prostředek (příklad č.)	herbicidní účinnost při 180 (#) nebo 200 g/ha		herbicidní účinnost GR ₆₀	
		GALAP	RUMOB	GALAP	RUMOB
1-butoxy-2-propyl	ekv. 40 % (G-PnB)	88	93	44	63
2-ethylhexyl	ekv. 40 % (G-EH)	83	95	58	52
1-butoxy-2-butyl	ekv. 40 % (G-BnB)	84#	82#	69	38
1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propyl	ekv. 40 % (G-DPM)	82#	75#	69	55
1-methylheptyl*	ekv. 40 % (G-MH)	43	30	347	478

10 * standard pro srovnání

15

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Herbicidní přípravek ve formě emulgovatelného koncentrátu, koncentrované vodné emulze, smáčitelného prášku nebo ve vodě dispergovatelných granulí, který obsahuje fluroxypyr, popřípadě v kombinaci s jedním nebo více slučitelnými herbicidy, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje fluroxypyr ve formě esteru, který je při 25 °C kapalný a je vybrán ze skupiny, sestávající z 1-butoxy-2-propylesteru, 1-butoxy-2-butylesteru, 1-(1-methoxy-2-propoxy)-2-propylesteru, 1-(1-butoxy-2-propoxy)-2-propylesteru, 1-(1-(1-methoxy-2-propoxy)propoxy)-2-propylesteru, 1-(1-(1-butoxy-2-propoxy)propoxy)-2-propylesteru a 2-ethylhexylesteru, a je ve formě

25

a) emulgovatelného koncentrátu, obsahujícího minimálně 40 % hmotnostních esteru fluroxypyru a maximálně 55 % organického rozpouštědla a 1 až 20 % povrchově aktivní látky, nebo

5 b) koncentrované vodné emulze, obsahující maximálně 79,95 % hmotnostních emulgované fáze a minimálně 20 % vody a 0,05 až 10 % povrchově aktivní látky, přičemž její emulgovaná fáze obsahuje minimálně 50 % hmotnostních esteru fluroxypyru a maximálně 35 % organického rozpouštědla, nebo

10 c) smáčitelného prášku nebo ve vodě dispergovatelných granulí, obsahujících 20 až 80 % hmotnostních esteru fluroxypyru, 3 až 20 % povrchově aktivní látky a jemně rozptýlený pevný nosič.

15 2. Herbicidní přípravek podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že obsahuje fluroxypyr ve formě esteru, který je při 25 °C kapalný a je vybrán ze skupiny, zahrnující 1–butoxy–2–propylester, 1–butoxy–2–butylester nebo 2–ethylhexylester.

20 3. Herbicidní přípravek podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že přípravkem je emulgovatelný koncentrát, obsahující minimálně 41 % hmotnostních esteru fluroxypyru, maximálně 54 % organického rozpouštědla a 1 až 19 % povrchově aktivní látky.

25 4. Herbicidní přípravek podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že přípravkem je koncentrovaná vodná emulze, obsahující maximálně 79 % hmotnostních emulgované fáze a minimálně 20,5 % vody a 0,06 až 9 % povrchově aktivní látky, přičemž jeho emulgovaná fáze obsahuje minimálně 51 % hmotnostních esteru fluroxypyru a maximálně 34 % organického rozpouštědla.

30 5. Herbicidní přípravek podle nároku 4, **vyznačující se tím**, že emulgovaná fáze neobsahuje žádné přidané organické rozpouštědlo.

6. Herbicidní přípravek podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že přípravkem je smáčitelný prášek nebo ve vodě dispergovatelné granule, obsahující 21 až 79 % hmotnostních esteru fluroxypyru, 4 až 19 % povrchově aktivní látky a jemně rozptýlený pevný nosič.

35 7. Herbicidní přípravek podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že obsahuje alespoň jeden herbicid, který je slučitelný s kapalnými estery fluroxypyru.

40 8. Herbicidní přípravek podle nároku 7, **vyznačující se tím**, že jiným slučitelným herbicidem je metosulam nebo bifenox.

45 9. Způsob regulace nežádoucí vegetace fluroxypyrem, **vyznačující se tím**, že zahrnuje ošetření prostředkem podle kteréhokoliv z nároků 1 až 8, ředěného vodou, ve formě vodného rozprašovacího roztoku.

Konec dokumentu
