



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

209938
(11) (32)

(22) Přihlášeno 28 09 79
(21) [PV 6591-79]
(32) (31) (33) Právo přednosti od 28 09 78
(P 28 42 142.3)
Německá spolková republika
(40) Zveřejněno 31 03 81
(45) Vydáno 15 06 84

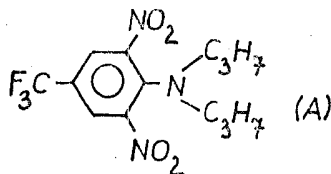
(51) Int. Cl.³
A 01 N 37/30
A 01 N 33/18
A 01 N 33/06

(72)
Autor vynálezu SCHUMACHER HANS dr., FLÖRSHEIM/M., ALBRECHT KONRAD dr.,
KELKHEIM (TAUNUS), LANGE LÜDDEKE PETER dr., HOFHEIM/TS.
(NSR)
(73)
Majitel patentu HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, FRANKFURT/M. (NSR)

(54) Herbicidní prostředek

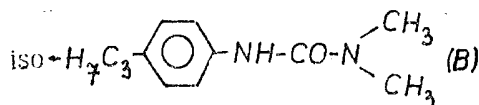
1

Předmětem vynálezu je herbicidní prostředek, který se vyznačuje tím, že obsahuje 2,6-dinitro-N,N-dipropyl-4-trifluormethylanilin (komerční název Trifluralin) vzorce A



v kombinaci s 3-(4-isopropylfenyl)-1,1-dimethylmočovinou (komerční název Isoproturon) vzorce B

Isoproturon



Obě účinné látky jsou známy, například z publikace H. Martina a C. R. Worthinga „Pesticide Manual“, 5. vydání, 1977, British Crop Protection Council, str. 528, resp. 317. Použití obou těchto sloučenin u obilí je

2

rovněž známo, například z publikací A. J. Kovace a C. Mallegniho: Proc. 10th British Weed Control Conf. 1970, str. 56–62, a J. Rognona, A. Thizyho a D. Pillona: 23em Symp. de Phytopharmacie Gent 1972, str. 663–669.

Nyní bylo zjištěno, že kombinace složek A a B se vyznačují synergickou účinností proti plevelům v kulturních plodinách, zejména v pšenici, ječmeni a žitu. Tento účinek je překvapující a nebylo jej lze z údajů ve zveřejněných publikacích předvídat.

Složky A a B je možno vzájemně kombinovat v širokých mezích. Výhodné jsou však míscí poměry (A : B) v rozmezí od 10 : 1 do 1 : 10, zejména pak od 4 : 1 do 1 : 4.

Pomocí prostředků podle vynálezu je možno účinně hubit četné plevele v kulturních užitkových rostlinách, zejména v obilí jako je pšenice, žito a ječmen. Jako příklady bude též uvedeny tyto druhy plevelu:

trávy
(Gramineae)

složnokvěté
(Compositae)

psárka polní
oves hluchý
lipnice luční
lipnice obecná
jílek mnohokvětý
heřmánek nevonný
heřmánek pravý
rmen rolní

makovité (Papaveraceae)	mák vlčí
křížaté (Cruciferae)	kokoška pastuší tobolka hořčice rolní svízel přitula
mořenovitě (Rubiaceae)	
krtičníkovité (Scrophulariaceae)	rozrazil rolní rozrazil břečňanolistý
pyskaté (Labiatae)	hluchavka nachová
silenkovité (Caryophyllaceae)	ptačinec žabinec
rdesnovité (Polygonaceae)	rdesno červivec rdesno ptačí neboli truskavec

Kombinace účinných látek podle vynálezu se mohou aplikovat buď jako nádržkové směsi, u nichž se jednotlivé účinné látky spolu smísí teprve bezprostředně před aplikací, nebo jako hotové formulace. Jako hotové formulace mohou být upraveny zejména do podoby smáčitelných prášků (postříků), avšak i do podoby emulgovatelných koncentrátů nebo granulátů a obsahují pak kromě kombinace účinných látek ještě i obvyklé pomocné prostředky, jako jsou například smáčedla, adheziva, dispergační činidla, tuhé nebo kapalné inertní látky, pomocné mlecí prostředky, rozpouštědla a emulgátory.

Postříky z kombinací účinných látek podle vynálezu je možno vyrobit například tak, že se sloučenina A (Trifluralin) nejprve rozstaví v tepelné komoře při teplotě 80 °C a teplá tavenina této účinné látky se pak za míchání nastříká v rychle se otáčejícím mísiči (typ u Lödige) například na jemně disperzní syntetickou kyselinu křemičitou nebo na jiný savý inertní prášek, jako je například rozsvíková zemina, hlínka, bentonit, na němž se adsorbuje, přičemž musí vzniknout volně sypný, suchý prášek. Z získání co nejvyšší procentního (vztaheno na účinnou látku) prostředku se přitom výhodně používá syntetické kyseliny křemičité (například typu Wessalon S nebo Neosyl).

Souběžně s výše popsanou přípravou se ze sloučeniny B (Isoproturonu) vyrobí smísením a semletím s obvyklými pomocnými formulačními a mlecími prostředky například v rychloběžném vysoce výkonném mlýnu, jako je tyčový mlýn, dmychadlový mlýn nebo vzduchový ejektorový mlýn, práškový koncentrát, který má s výhodou jemnost 325 mesh. To znamená, že tento prášek při prosévání na síte o velikosti ok 44 μm musí mít velikost částic menší než 44 μm , až na tolerovatelný 1 hmot. % zbytek na sítu. Účelně se k práškovému koncentrátu již před semletím přidávají potřebná dispergační a smáčecí činidla, činidla proti pění a inertní látky.

Jako dispergační činidla jsou vhodná například dvojsodná sůl kyseliny dinaftylmethandisulfonové, ligninsulfonáty, konden-

zační produkty alkylnaftalensulfonových kyselin s kresoly, siřičitanem sodným a formaldehydem (dispergační činidla SS), oleoyl-N-methyltauridy, polyvinylalkoholy, polyvinylpyrrolidony, jako smáčedla například alkylnaftalensulfonáty, estery kyseliny alkylsulfonantarové, alkylbenzensulfonáty, alkylsulfáty. Jako prostředky proti pění, je-li jich vůbec zapotřebí, jsou vhodné sodné nebo draselné soli mastných kyselin a silikony.

Takto odděleně vyrobené práškové koncentráty Trifluralinu a Isoproturonu se pak spolu mísí, jako odpovídá požadovanému poměru účinných látek. Poté se tyto postříkové prášky, obsahující Trifluralin a Isoproturon, ještě znovu melou v jednoduchém rázovém mlýnu nebo ve vysoce výkonném mlýnu při sníženém počtu otáček mlecího rotoru.

Získané smáčitelné prášky jsou ve vodě rovnoměrně dispergovatelné prostředky, které kromě podílu účinných látek a kromě ředidla nebo inertní látky mohou ještě obsahovat smáčedla, například polyoxyethylované alkylfenoly, polyoxyethylované oleyl- nebo stearylaminu, alkyl- nebo alkylfenylsulfonáty, jakož i dispergační činidla, například sodnou sůl kyseliny ligninsulfonové, dvojsodnou sůl kyseliny 2,2'-dinaftylmethan-6,6'-disulfonové, sodnou sůl kyseliny dibutyl-naftalensulfonové nebo i sodnou sůl oleoyl-methyltaurinu, dále popřípadě adheziva, jako jsou například polyvinylalkoholy, jakož i pomocné mlecí prostředky.

Emulgovatelné koncentráty je možno získat rozpuštěním účinné látky v organickém rozpouštědle, jako je například butanol, cyklohexanon, dimethylformamid, xylén, nebo i ve výše vroucích aromátech, a přidáním například neiontového emulgátoru a smáčedla, například polyoxyethylovaného alkylfenolu nebo polyoxyethylovaného oleyl- nebo stearylaminu.

Popraše lze připravit semletím účinné látky s jemně práškovými tuhými látkami, například s mastkem, přírodními hlinami, jako je kaolín, bentonit, pyrofillit nebo rozsvíková zemina.

Granuláty je možno vyrobit nastříkáním účinné látky na adsorpce schopný granulovaný inertní materiál, nebo nanesením koncentrátů účinných látek pomocí adheziv, například polyvinylalkoholu, sodné soli kyseliny polyakrylové nebo i minerálních olejů na povrch nosičů, například písku, kaolinitu nebo granulovaného inertního materiálu. Též je možno vyrobit vhodné granuláty způsobem, obvyklým pro výrobu granulí umělého hnojiva, popřípadě i ve směsi s hnojivem.

U kombinovaných herbicidních prostředků mohou být koncentrace účinných látek v komerčních formulacích různé. Ve smáčitelných práscích může koncentrace účinné látky kolísat například v rozmezí od asi 10 do 80 hmot. %, přičemž zbytek do 100 hmot. %

procent sestává z výše uvedených formulačních přísad. U emulgovatelných koncentrátů činí koncentrace účinných látek například 10 až 70 hmot. %. Práškové prostředky obsahují většinou například asi 5 až 20 hmot. procent účinné látky, postřikové roztoky například asi 0,05 až 20 hmot. % účinné látky. U granulátů závisí obsah účinné látky zčásti na tom, zda účinná sloučenina je kapalnou nebo tuhou látkou, a na tom jaké pomocné granulární prostředky, plniva atd. se použijí. Obecně může být v rozmezí například od 10 do 80 hmot. %.

Pro použití se komerční koncentráty například ředí obvyklým způsobem, například u smáčitelných prášků a emulgovatelných koncentrátů vodou. Granulované prostředky se před použitím zpravidla již neředí dalšími inertními látkami. Potřebné aplikační množství účinné látky se mění v závislosti na vnějších podmínkách, jako například na teplotě, vlhkosti atd. Toto množství může kolísat v širokých mezích, například od 0,1 do 10,0 kg/ha účinné látky, s výhodou však je v rozmezí od 0,5 do 5 kg/ha.

Příklady formulování

Příklad 1

Výroba smáčitelného prášku, obsahujícího Trifluralin-Isoproturon

a) Koncentrát Trifluralinu

200 kg technického Trifluralinu o čistotě 95 % se v tepelné komoře roztaví při teplotě 80 °C a vzniklá tavenina se v rychlomísči (typu Lödige) o objemu 3 m³ s rozdělovacím hrablem za chodu nastříká na 340 kg jemně dispersní syntetické kyseliny křemičité (Wessalon S). Pak se směs ještě 15 minut míchá, čímž se získá jemně práškový adsorbát.

b) Koncentrát Isoproturonu

Smísí se 202,50 kg technického Isoproturonu o čistotě 99 %, 67,00 kg jemně dispersní syntetické kyseliny křemičité (Wessalon S), 113,50 kg kondenzačního produktu z kyseliny alkylnaftalensulfonové s kresoly, siřičitanem sodným a formaldehydem (dispergační činidlo SS), 52,10 kg sodné soli kyseliny alkylnaftalensulfonové (Leonil DB) 1,40 kg mýdlových vloček 13,50 kg uhličitanu sodného a vzniklá směs se jednou se mele v dmychadlovém mlýnu na velikost částic pod 44 μm, jež se vytrídí na trojbokém sítu 0,5 mm.

c) Smáčitelný prášek s obsahem Isoproturonu a Trifluralinu 20 : 20

K výrobě smáčitelného prášku se smísí 550 kg koncentráta Trifluralinu (vyrobeného postupem podle odstavce a) se 450 kg

koncentráta Isoproturonu (vyrobeného postupem podle odstavce b)) a tato směs se semele v rázovém mlýnu při vnější obvodové rychlosti mlecího kříže přibližně 80 m/s a prosyje sítím 0,5 mm.

Výsledný smáčitelný prášek má pro prostetí takovou jemnost, že na sítu o velikosti ok 44 μm se zachytí maximálně 1 hmot. %; vyznačuje se suspendovatelností 80 % po 30 minutách stání ve vodě o teplotě 30 °C a tvrdostí 342 ppm.

Složení smáčitelného prášku:

21,00 hmot. % technického Trifluralinu o čistotě 95 % = 20 hmot. % čistého Trifluralinu,

20,25 hmot. % technického Isoproturonu o čistotě 99 % = 20 hmot. % čistého Isoproturonu,

40,70 hmot. % jemně dispersní syntetické kyseliny křemičité (Wessalon S),

11,35 hmot. % kondenzačního produktu z kyseliny alkylnaftalensulfonové s kresoly, siřičitanem sodným a formaldehydem (dispergační činidlo SS),

5,21 hmot. % sodné soli kyseliny alkylnaftalensulfonové (Leonil DB),

0,14 hmot. % mýdlových vloček a

1,35 hmot. % uhličitanu sodného.

Příklad 2

Nádržková směs se získá tím, že se obvyklým způsobem smísí komerční smáčitelný prášek obsahující 75 hmot. % Isoproturonu (B), komerční emulzní koncentrát obsahující 48 hmot. % Trifluralinu (A) v poměru účinných látek 1 : 1 s vodou a vzniklá směs se zředí za vzniku postřiku. Aplikační množství postřiku je v rozmezí od 100 do 600 litrů na 1 ha.

Analogicky se připraví i postřiky s jinými poměry účinných látek, které se použijí v uvedeném aplikačním množství. Výhodné jsou poměry účinných látek (B : A) v rozmezí od 4 : 1 do 1 : 4.

Biologické příklady

V níže uvedeném biologickém příkladu I jsou popsány skleníkové pokusy.

Ve všech případech se u uvedených kombinací rozlišuje vypočtený stupeň účinnosti od zjištěného, přičemž vypočtený stupeň účinnosti je vždy uveden v závorkách před zjištěným stupněm účinnosti. Vypočtený stupeň účinnosti se určí podle vzorce S. R. Colbyho: Calculation of synergistic and antagonistic responses of herbicide combinations, Weeds 15 (výpočet synergického a an-

tagonistického účinku herbicidních kombinací] Weeds 15, str. 20 až 22, [1967] tento vzorec zní:

$$E = X + Y - \frac{X \cdot Y}{100}$$

kde

X znamená poškození herbicidem A při aplikačním množství x kg/ha,

Y znamená % poškození herbicidem B při aplikačním množství y kg/ha,

E znamená poškození, které je možno očekávat herbicidy A + B při aplikačním množství x + y kg/ha.

Je-li však skutečné poškození větší než ono, které by bylo možno podle výpočtu očekávat, je účinek skoumané kombinace větší než aditivní, tj. jde o synergický účinek.

Příklad 1

Při pokusu ve skleníku se do kořenáčů

1) Účinek na ptačinec žabinec

mg ú. l./1 kořenáč		poškození v % sloučenina B (mg ú. l./1 kořenáč)			
		0	15	30	60
sloučenina	0	0	30	65	80
	7,5	0	(30) 40	(65) 75	(80) 90
A	15	0	(30) 60	(65) 80	(80) 95
	30	0	(30) 80	(65) 95	(80) 100

2) Účinek na merlík bílý

mg ú. l./1 kořenáč		poškození v % sloučenina B (mg ú. l./1 kořenáč)		
		0	15	30
sloučenina	0	0	30	75
A	7,5	20	(40) 55	(80) 85
	15	40	(58) 75	(85) 95
	30	60	(72) 85	(90) 99

3) Účinek na svízel přitulu

mg ú. l./1 kořenáč		poškození v % sloučenina B (mg ú. l./1 kořenáč)			
		0	125	250	500
sloučenina	0	0	0	0	20
A	62,0	40	(40) 45	(40) 60	(52) 65
	125	60	(60) 70	(60) 75	(68) 80
	250	85	(85) 90	(85) 95	(88) 99

nasejí různé plevy, pak se semena pokryjí tenkou vrstvou zeminy a téhož dne se povrch půdy v kořenáčích postříká sloučeninami A a B v uvedených dávkách, a to jak samotnými těmito sloučeninami, tak i jejich vzájemnými kombinacemi. Po uplynutí 4 týdnů po ošetření se pokus vyhodnotí. Výsledky jsou uvedeny v tabulce I. Z nich zřetelně vyplývá, že u kombinací účinných látek je účinek na některé druhy plevelů větší, než by bylo možno očekávat podle výše uvedeného vzorce, tj. jde o synergický účinek.

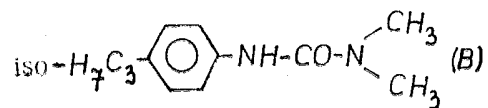
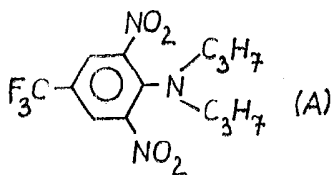
Tabulka I

Účinek (= poškození v %) sloučenin A a B jednak samotných, jednak ve vzájemných kombinacích v uvedených dávkách (mg. u. l./l kořenáč) při použití na plevy, uvedené v odstavcích 1) až 3). U. l. = účinná látka. Hodnoty, uvedené v závorkách v procentech, udávají poškození vypočtená podle Colbyho vzorce z účinků samotných jednotlivých složek.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Herbicidní prostředek, vyznačující se tím,
že obsahuje sloučeninu vzorce A

v kombinaci se sloučeninou vzorce B



příčemž mísící poměr složek A a B je v roz-
mezí od 10 : 1 do 1 : 10.