

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2002 - 3077

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **21.03.2001**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **22.03.2000**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **2000/191280**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12.03.2003**
(Věstník č. 3/2003)

(86) PCT číslo: **PCT/US01/09140**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO01/070024**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

A 01 N 25/04

A 01 N 25/30

A 01 N 53/08

A 01 N 53/06

A 01 N 43/80

A 01 N 43/653

(71) Přihlašovatel:

FMC CORPORATION, Philadelphia, PA, US;

(72) Původce:

Martin Timothy M., Ringoes, NJ, US;

Lavin MaryEllen, Hightstown, NJ, US;

(74) Zástupce:

Zelený Pavel JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob výroby vodných pesticidních prostředků

(57) Anotace:

Způsob přípravy stabilního vodného prostředku, vytvořeného z hydrofóbního pesticidu. Způsob zahrnuje emulgaci vodné fáze a fáze nemísitelné s vodou tak, že vytvoří prostředek. Vodná fáze se skládá z vody a popřípadě pergelačního/depergelačního činidla, jednoho nebo více emulgátorů nebo jejich kombinací, a fáze nemísitelná s vodou obsahuje hydrofóbní pesticid a jeden nebo více emulgátorů. Pesticid je vybrán ze skupiny, která se skládá z carfentrazon-ethylu, sulfentrazonu, clomazonu, permethinu, zetacypermethrinu a bifenthrinu.

Způsob výroby vodných pesticidních prostředků

Oblast techniky

Přítomný vynález se týká oblasti agrochemických prostředků. Zvláště tento vynález poskytuje vodné prostředky vytvořené z hydrofóbních pesticidů, které jsou stabilní a ve srovnání s běžnými prostředky stejně účinné.

Dosavadní stav techniky

Hydrofóbní pesticidy jsou z důvodu jejich nemísitelnosti ve vodě běžně formulovány jako suché prostředky. Například US patent č. 5 125 958 uvedl ve známost, že herbicid ethyl-(2-dichlor-5-[4-(difluormethyl)-4,5-dihydro-3-methyl-5-oxo-1H-1,2,4-triazol-1-yl]-4-fluorbenzenpropanoát) (carfentrazon-ethyl), viskózní, olejovitá kapalina, může být formulován jako granule o relativně velké velikosti částice, jako práškovité popraše, jako smáčitelné prášky, jako emulgovatelné koncentráty, jako roztoky nebo jako kterýkoliv z několika jiných známých typů prostředků. Navíc, US patent č. 5 125 958 také uvádí ve známost, že carfentrazon-ethyl může být formulován jako vodou rozpustné nebo vodou dispergovatelné granule, ve kterých voda slouží jako možnost pro aplikování prostředku spíše než jako složka prostředku. Mimoto US patent č. 5 935 905 nárokuje suché prostředky složené z carfentrazon-ethylu a N-(fosfonomethyl)glycinu (glyfosátu). Jak US patent č. 5 125 958, tak US patent č. 5 935 905 vyžadují pro formulování carfentrazon-ethylu absorbování carfentrazon-ethylu technické kvality na nosič. Ačkoliv prostředky jsou zamýšleny k tomu, aby měly dlouhou skladovací životnost, bylo zjištěno, že mají tendenci k hydrolýze a jako takové mají tendenci nebýt stálé. Jako důsledek tohoto stavu existují

potřeby vyvinout prostředky obsahující hydrofóbní pesticidy, zvláště carfentrazon-ethyl, které vykazují vyšší stabilitu.

Podstata vynálezu

Přítomný vynález poskytuje nové pesticidní prostředky, které jsou vodné, ekonomické, přátelské k životnímu prostředí a vykazují malou nebo žádnou hydrolýzu v čase, což má tudíž za následek zvýšení vlastností stability pesticidního účinku. Snížením nebo minimalizací použití organických rozpouštědel, se vyvaruje nákladů a nebezpečí spojených s recirkulací takových látek. Navíc tento způsob může být prováděn v relativně jednoduchém zařízení za použití relativně jednoduchých procesních kroků.

V jednom ztělesnění přítomný vynález poskytuje pesticidně účinné, stabilní, vodné prostředky vytvářené z hydrofóbních pesticidů.

Podle jednoho aspektu tohoto vynálezu, prostředek obsahuje vodnou emulzi (EW), která je složena z vodné fáze, která se skládá z vody a popřípadě pergelačního/depergelačního činidla, jednoho nebo více emulgátorů nebo jejich kombinace a fáze nemísitelné s vodou, složené z hydrofóbních pesticidů a jednoho nebo více emulgátorů.

Podle jiného aspektu tohoto vynálezu je poskytován pesticidní prostředek vytvořený z hydrofóbního pesticidu v kombinaci s jedním nebo více doplňkovými pesticidy.

Také jsou podle přítomného vynálezu poskytovány způsoby výroby dříve uvedených vodných emulzí (EW) nebo pesticidních

prostředků z dříve uvedených vodných prostředků v kombinaci s jedním nebo více doplňkovými pesticidy.

Definice

Výraz „asi“, jak je používán zde, naznačuje, že určitá výhodná funkční rozmezí, jako jsou rozmezí pro molární poměry látek vstupujících do reakce, množství látek a teplota nejsou pevně stanoveny. Význam bude často zřejmý osobě znalé oboru. Například uvedení rozmezí teploty od asi 120 °C do asi 135 °C ve vztahu k například organické chemické reakci může být vykládáno tak, že zahrnuje ostatní podobné teploty, u kterých je možno očekávat, že působí ve prospěch užitečné reakční rychlosti reakce, jako jsou 105 nebo 150 °C. Když selže orientace odborníka v oboru, nedostává se orientace z kontextu a kde není dále uveden podrobnější předpis, rozmezí „asi“ nemá být větší než 10 % absolutní hodnoty koncového bodu nebo 10 % uvedeného rozmezí, podle toho, která hodnota je menší.

Jak je používáno v tomto popisu a pokud není uvedeno jinak, substituent označený jako „akyl“, „cykloalkyl“, „alkoxyskupina“, „aryloxyskupina“ a „alkoxyarylaminoskupina“, používaný samostatně nebo jako část větší skupiny, zahrnuje přímé nebo rozvětvené řetězce z nejméně jednoho nebo dvou atomů uhlíku, jako odpovídajícího substituentu, a výhodně z až 20 atomů uhlíku, výhodněji z až 10 atomů uhlíku, nejvýhodněji z až 7 atomů uhlíku. Výraz „halogen“ se týká fluoru, bromu, jodu nebo chloru. Výraz „aryl“ se týká aromatické kruhové struktury, která obsahuje od 5 do 10 atomů uhlíku. Výraz „teplota místnosti“, jak je používán zde znamená jakoukoliv vhodnou teplotu, která je v laboratoři nebo jiném pracovním místě a není obecně nižší než asi 15 °C ani není vyšší než asi 30 °C.

Výraz „vodná fáze“, jak je používán zde, se týká vody nebo směsi vody a uhlovodíkového rozpouštědla, které je snadno emulgovatelné ve vodě. Výhodně je vodná fáze tvořena nejméně asi 50 % objemovými, výhodněji asi 95 % objemovými, vody.

Jak je používáno v tomto popisu a pokud není uvedeno jinak, výraz „pesticid“ se týká molekuly nebo kombinace molekul, která odpuzuje, zpomaluje nebo zabíjí škůdce, jako jsou, ale bez omezení na ně, zhoubný nebo obtížný hmyz, plevely, červi, houby, bakterie a podobné, a může být použit pro ochranu plodin, ochranu budov, ochranu trávníků nebo ochranu osob; výraz pesticid, jak je používán zde, zahrnuje, ale bez omezení na ně, herbicidy, insekticidy, akaricidy, fungicidy, nematocidy, ektoparasitocidy a růstové regulátory, buď používané k povzbuzení růstu žádoucích druhů rostlin nebo zpomalení růstu nežádoucích plevelů.

Dále je uváděn detailní popis tohoto vynálezu.

Obecně se přítomný vynález týká vodných prostředků vytvořených z hydrofóbních pesticidů, které obsahují emulgační vodnou fázi a s vodou nemísitelnou fázi pro vytvoření prostředku, ve kterém fáze nemísitelná s vodou obsahuje pesticid a jeden nebo více vhodných emulgátorů. Vodná fáze výhodně obsahuje vhodné pergelační/depergelační činidlo nebo jeden nebo více vhodných emulgátorů nebo jejich kombinaci. Příklady hydrofóbních pesticidů, které mohou být použity v přítomném vynálezu zahrnují, ale nejsou na ně omezeny, carfentrazon-ethyl, sulfentrazon, clomazon, permethrin, zetacypermethrin a bifenthrin. Výhodným hydrofóbním pesticidem formulovaným podle přítomného vynálezu je carfentrazon-ethyl.

Věří se, že prostředky podle přítomného vynálezu zabraňují nebo zpomalují hydrolýzu pesticidu. Jako takové, vykazují ekvivalent stability stejný, pokud ne větší než prostředky uvedené ve známost v oboru. Navíc prostředky podle přítomného vynálezu poskytují homogenní disperzi hydrofóbních pesticidů v celém prostředku.

V jednom ztělesnění přítomného vynálezu je vodná fáze přidávána do fáze nemísitelné s vodou. Je potřeba uvést, že prostředek je připravován pomocí následujících kroků:

- a) zajištění vodné fáze obsahující vodu,
- b) zajištění fáze nemísitelné s vodou, obsahující hydrofóbní pesticid a jeden nebo více emulgátorů,
- c) přidání vodné fáze do fáze nemísitelné s vodou, a
- d) emulgace výsledné směsi pro vytvoření prostředku.

V jiném ztělesnění přítomného vynálezu, je fáze nemísitelná s vodou přidána do fáze vodné. Je potřeba uvést, že prostředek je připravován pomocí následujících kroků:

- e) zajištění fáze nemísitelné s vodou, obsahující hydrofóbní pesticid a jeden nebo více emulgátorů,
- f) zajištění vodné fáze obsahující vodu,
- g) přidání fáze nemísitelné s vodou do vodné fáze, a
- h) emulgování výsledné směsi pro vytvoření prostředku.

Emulgace je výhodně prováděna při teplotě v rozmezí od asi 20 °C do asi 80 °C, výhodněji od asi 20 °C do asi 70 °C. Výhodně je emulgace prováděna po dobu přesahující asi 3 minuty, a v jednom ztělesnění po dobu až do asi 24 hodin, výhodněji od asi 5 minut do asi 3 hodin. Emulgace může být prováděna při nižších teplotách, jako jsou například nižší než

15 °C, ale obecně bude pro dokončení vyžadovat značně delší čas.

Vhodnými emulgátory, které mohou být použity v kontextu přítomného vynálezu jsou takové látky, které jsou aktivní ve fázovém rozhraní olej a voda, a které slouží k snížení povrchového napětí oleje a tudíž umožňují vytváření stabilní a homogenní směsi. Příklady emulgátorů, které mohou být použity, zahrnují, ale bez omezení na ně, karboxyláty, sulfáty, sulfonáty, alkohol-ethoxyláty, alkylfenol-ethoxyláty, ethoxyláty mastných kyselin, sorbitan-estery, ethoxylované tuky nebo oleje, amino-ethoxyláty, estery kyseliny fosforečné, kopolymery ethylenoxidu s propylenoxidem, fluorované uhlovodíky a polymery křemíku. Výhodnými emulgátory, které mohou být použity jsou alkyd-polyethylenglykolová pryskyřice, polyalkylenether glykolu, polyalkoxylovaný nonylfenyl, alkoxylovaný primární alkohol, ethoxylovaný distyrylfenol, ethoxylovaný distyrylfenolsulfát, ethoxylovaný tristyrylfenolfosfát, tristyrylfenolester kyseliny fosforečné, hydroxylovaný polymer stearové kyseliny a polyakylenglykolu, a jejich odpovídající soli. Zvláště výhodnými emulgátory, které mohou být použity při přítomném vynálezu, jsou alkyd-polyethylenglykolová pryskyřice, polyalkylenether glykolu, ethoxylovaný distyrylfenol, ethoxylovaný distyrylfenolsulfát, ethoxylovaný tristyrylfenolfosfát, tristyrylfenolester kyseliny fosforečné a draselná sůl tristyrylfenolfosfátu.

V ještě dalším ztělesnění přítomného vynálezu, může vodná fáze obsahovat pergelační/depergelační činidlo a jeden nebo více emulgátorů. Příklady pergelačních/depergelačních činidel, také označovaných jako kryoprotektanty, které mohou být použity v přítomném vynálezu zahrnují, ale bez omezení na ně, monoethylenglykol, propylenglykol, glycerol, močovinu a

anorganické soli. Výhodným používaným pergelačním/depergelačním činidlem je propylenglykol. Emulgátory uvedené výše mohou být také obsaženy ve vodné fázi. Výhodným emulgátorem použitým ve vodné fázi je kopolymer ethylenoxidu s propylenoxidem.

V jednom ztělesnění přítomného vynálezu může fáze nemísitelná s vodou také obsahovat uhlovodíkové rozpouštědlo. Vhodnými uhlovodíkovými rozpouštědly jsou taková rozpouštědla, ve kterých může být fáze nemísitelná s vodou mísitelná. Příklady uhlovodíkových rozpouštědel, které mohou být použity v přítomném vynálezu zahrnují, ale nejsou na ně omezeny, alkylované naftalenové aromáty, alkylované bifenyly, hydrogenované alifáty, isoparafiny, parafiny, cykloparafiny, aromáty z xylenů, alkyl-acetáty, mastné kyseliny, estery, ropné a rostlinné oleje a olefiny. Výhodnými uhlovodíkovými rozpouštědly, která mohou být použita v přítomném vynálezu, jsou alkylované naftalenové aromáty a alkylované bifenyly.

Typická receptura podle přítomného vynálezu bude obvyčejně obsahovat od asi 1 do asi 50 % hmotnostních, výhodně od asi 2 do asi 30 % hmotnostních pesticidu, od asi 10 do asi 25 % hmotnostních, výhodně od asi 5 do asi 10 % z celkové hmotnosti jednoho nebo více emulgátorů a od asi 30 do asi 80 % hmotnostních, výhodně od asi 30 do asi 75 % hmotnostních vody. Alternativní výhodné ztělesnění přítomného vynálezu obsahuje, navíc k dříve uvedené typické receptuře, od asi 2 do asi 15 % hmotnostních, výhodně od asi 4 do asi 10 % hmotnostních pergelačního/depergelačního činidla. Další výhodné alternativní ztělesnění dále obsahuje, navíc k dříve uvedené typické receptuře, od asi 1 do asi 50 % hmotnostních, výhodně od asi 4 do asi 25 % hmotnostních uhlovodíkového rozpouštědla. Ještě další výhodné ztělesnění kombinuje dříve uvedenou

typickou recepturu, pergelační/depergelační činidlo a uhlovodíkové rozpouštědlo, každé v dříve uvedených koncentracích. Jedním dalším výhodným ztělesněním je prostředek, který obsahuje dříve uvedené složky podle typické receptury, s nebo bez pergelačního/depergelačního činidla, s nebo bez uhlovodíkového rozpouštědla, plus jakoukoliv jinou vhodnou složku, jako je, bez omezení, druhý pesticid, biocid, zahušťovací činidlo a podobné složky, které se obecně nalézají v pesticidních prostředcích známých v oboru, z nichž mnohé jsou zde vyloženy dále.

Jakmile jsou vytvořeny, je průměrná velikost částic pesticidů obecně od asi 0,01 μm do asi 100 μm , výhodně od asi 0,01 μm do asi 10 μm . Provozní podmínky pro získání částic požadované velikosti závisí na řadě faktorů, včetně, kde je to aplikovatelné, teploty, při které je prováděna emulgace, rychlosti přidávání látek vstupujících do reakce, použitého emulgačního zařízení, množství použitých emulgátorů a podobně. Například obecně je výsledkem menší velikost částice, když je použito více emulgátorů a delší čas emulgace. Ve světle přítomného popisu je úprava pro stanovení vhodných podmínek pro dosažení emulgace v rámci přítomného vynálezu zcela v rámci znalosti odborníka v oboru.

Po dokončení kroku emulgace, mohou být do prostředku přidány další přísady. Množství poemulgačních přísad, která mají být přidána, jsou podobná pro všechna ztělesnění a obvykle by měla být vybrána z jednoho nebo více odpěňovacích činidel, jako je polydimethylsiloxan, v množství od asi 0,003 do asi 1 % hmotnostního, výhodně od asi 0,005 do asi 0,5 % hmotnostního, zahušťovadel, jako jsou xanthamová guma nebo ethyl- nebo methylcelulóza, v množství od asi 0,003 do asi 1 % hmotnostního, výhodně od asi 0,005 do asi 0,5 % hmotnostního,

jednoho nebo více baktericidních činidel, v množství od asi 0,01 do asi 0,5 % hmotnostního, výhodně od asi 0,01 do asi 0,1 % hmotnostního, inertního barviva, v množství až do asi 0,05 % hmotnostního, výhodně až do asi 0,04 % hmotnostního, a až do asi 10 % hmotnostních jednoho nebo více povrchově aktivních činidel, přičemž každé procento hmotnostní je vztaženo k hmotnosti prostředku po přidání přísad.

Prostředky podle přítomného vynálezu mohou být použity samotné nebo pesticidně účinné množství prostředku, například od asi 2 do asi 50 % hmotnostních, může být kombinováno s pesticidně účinným množstvím, například od 50 do 98 % hmotnostních jednoho nebo více doplňkových pesticidů pro poskytování širšího spektra působení než poskytují běžné formulace, které obsahují pouze jeden pesticid. Příklady doplňkových pesticidů, které jsou užitečné v přítomném vynálezu zahrnují, ale nejsou omezeny na, glyfosát, kyselinu (2,4-dichlorfenoxy)octovou (2,4-D), kyselinu (4-chlor-2-methylfenoxy)octovou (MCPA), kyselinu (RS)-2-(4-chlor-o-tolyloxy)propionovou (MCPP), isoproturon, imazapyr, imazamethabenz, imazethapyr, imazaquin, acifluorfen, bifenox, fomasafen, ioxynil, bromoxynil, chlorimuron, chlorsulfuron, bensulfuron, pyrazosulfuron, thifensulfuron, triasulfuron, fenoxaprop, fluazifop, chizalofop, diclofop, bentazon, butachlor, dicamba a fluroxypyr. Výhodným doplňkovým pesticidem je glyfosát.

Prostředky podle přítomného vynálezu jsou dále ilustrovány způsoby ukázanými v příkladech dále. Příklady slouží pouze pro ilustraci tohoto vynálezu a neměly by být vykládány jako omezující, jelikož další modifikace nalezeného vynálezu budou zřejmé osobě znalé oboru. Všechny takové modifikace jsou

považovány za součást rozsahu tohoto vynálezu jak je definován v patentových nárocích.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu mikroemulzního (4 ME) prostředku (prostředek A) s obsahem 4 g na litr.

Směs 4 gramů 90% čistého carfentrazon-ethylu (dostupného od společnosti FMC Corporation), 8 gramů alkylovaného naftalen-aromatického rozpouštědla (Aromatic 200 ND, dostupného od společnosti Exxon Chemical Company, Houston, TX), 8 gramů ethoxylovaného distyrylphenolu obsahujícího 15 mol ethylenoxidu (Soprophor DS/15, dostupného od společnosti Rhone-Poulenc, Inc., Newark, NJ), 8 gramů ethoxylovaného distyrylphenol-sulfátu obsahujícího 15 mol ethylenoxidu (Soprophor DSS/15, dostupného od společnosti Rhone-Poulenc, Inc., Newark, NJ) a 70 gramů deionizované vody se pro vytvoření emulze míchá ručně 2 minuty při teplotě místnosti. Emulze se zahřívá na asi 70 °C, kde se ručně míchá 2 minuty. Po této době se emulze ochladí na teplotu místnosti a přidají se 2 gramy ethoxylovaného tristyrylphenol-fosfátu obsahujícího 4 mol ethylenoxidu (Soprophor DV4624, dostupného od společnosti Rhone-Poulenc, Inc.). Po dokončení přidávání se emulze opět zahřívá na 70 °C a potom se ručně míchá 2 minuty. V závěru této fáze se emulze, pro získání mikroemulze, ochladí na teplotu místnosti.

Příklad 2

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (240 EW) prostředku (prostředek B) s obsahem 240 g na litr.

Směs 95,3 gramů vody, 15 gramů polyalkylenglykoetheru (Atlas G-5000, dostupného od společnosti Imperial Chemical Industries (ICI), Bayonne, NJ) a 10,5 gramů propylenglykolu se zahřívá na 70 °C pro rozpouštění. V oddělené míchací nádobě se směs 59,25 gramů 91% čistého carfentrazon-ethylu, 60 gramů alkylovaného naftalen-aromátového rozpouštědla (Solvesso 200, dostupného od společnosti Exxon Chemical Company) a 10 gramů alkyd-polyethylenglykolové pryskyřice (Atlox[®] 4914, dostupné od ICI) zahřívá na 55 °C a míchá se ručně 5 minut. Po této době se během 30 sekund přidá výše připravený vodný roztok propylenglykolu za použití mixéru Polytron A3000 (dostupného od Brinkmann Instruments, Inc., Westbury, NY). Výsledná směs se zahřívá na asi 55 až 65 °C a míchá se 20 minut. Po skončení této doby se během dvouminutové doby za udržování teploty na 55 °C přidá dodatečných 10 gramů alkyd-polyethylenglykolové pryskyřice (Atlox[®] 4914, dostupné od ICI). Po dokončení přidávání se směs pro získání emulze ochladí na 30 °C a míchá se 2 minuty při frekvenci otáček 300 za minutu.

Příklad 3

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (240 EW) prostředku (prostředek C) s obsahem 240 g na litr.

Tento prostředek se připraví způsobem podle příkladu 2 s výjimkou toho, že emulgace se provádí při 50 °C místo při 55 °C.

Příklad 4

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu carfentrazon-ethylového a glyfosátového prostředku (prostředek D).

Směs 39,6 gramů 240 EW carfentrazon-ethylového prostředku připraveného způsobem podle příkladu 2 a 60,4 gramů (N-fosfonomethyl)glycinu (glyfosát) (dostupného od společnosti Monsanto Company, St. Louis, MO) se míchá 5 minut v 1-litrovém drtiči při frekvenci otáček 600 za minutu při použití drtiče Model LiU08 Mixer (dostupného od společnosti Lightnin, Rochester, NY).

Příklad 5

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (240 EW) prostředku (prostředek E) s obsahem 240 g na litr.

221,44 gramů carfentrazon-ethylu, 90,6% čistý, se zahřívá na asi 40 až 45 °C, a přidá se 24 gramů bis(methylethyl)-1,1'-bifenylu (dostupného jako NuSolvTM ABP-103 od společnosti Ridge Technologies, Inc., Ridgewood, NJ) a 16 gramů epoxidizovaného sojového oleje (dostupného jako Drapex[®] 6,8 od společnosti Witco Corp., Oakland, NJ). Po dokončení přidávání se směs míchá 5 minut za použití mixéru Kitchen Aid Type a potom se přidá 96 gramů směsi monohydrogen- a dihydrogentristyrylfenolesterů kyseliny fosforečné a odpovídající draselné soli (dostupné jako Soprophor FLK-40 od společnosti Rhone-Poulenc, Inc.) a 16 gramů neionogenního ethoxylovaného tristyrylfenolu (dostupného jako Soprophor BSU od Rhone-Poulenc, Inc.). Výsledná směs se míchá 5 minut. Po

této době se během pětiminutové doby přidá 356,6 gramů vody teplé 45 °C, po které následuje 80 gramů vodného roztoku obsahujícího 2 % xanthamové gummy (dostupné jako Rhodopol 23 od společnosti R. T. Vanderbilt Co., Inc., Norwalk, CT) a 0,1 % protimikrobiálního biocidu (dostupného jako Legend MKTM od společnosti Rohm and Haas Co., Philadelphia, PA). Po dokončení přidávání se výsledná směs pro získání emulze míchá 2 hodiny při frekvenci otáček 400 za minutu.

Příklad 6

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (240 EW) prostředku (prostředek F) s obsahem 240 g na litr.

Tento prostředek se připraví způsobem podle příkladu 5 s výjimkou, že emulgace se provádí při teplotě 40 °C a teplota vody je 40 °C místo 45 °C.

Příklad 7

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu mikroemulzního (4 ME) prostředku (prostředek G) s obsahem 4 g na litr.

Směs 5 gramů 91,8% čistého carfentrazon-ethylu, 5 gramů alkylovaného naftalen-aromatického rozpouštědla (Aromatic 200 ND), 1,5 gramu speciální kombinace emulgátorů označovaných jako Sponto 4289, RDB 10/168 (dostupné od Witco Corp.) a 13,5 gramu speciální kombinace emulgátorů označovaných jako Sponto 4290, RDB 10/164 (také dostupných od Witco Corp.) se zahřívá na asi 40 °C, kde se ručně míchá 2 minuty. Po této době se pro získání emulze přidá 75 gramů deionizované vody. Po dokončení

přidávání se emulze opět zahřeje na 40 °C a potom se ručně míchá 2 minuty. Na závěr této doby se emulze, pro získání mikroemulze, ochladí na teplotu místnosti.

Příklad 8

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (240 EW) prostředku (prostředek H) s obsahem 240 g na litr.

Ke směsi 28 gramů permethrinu, 4 gramů bis(methyl)-1,1'-bifenylu (NuSolv™ ABP-103) a 2 gramů epoxidovaného sojového oleje (Drapex® 6,8) se přidá 12 gramů směsi monohydrogen- a dihydrogentristyrylfenolesterů kyseliny fosforečné a odpovídající draselná sůl (Soprophor FLK-40) a 16 gramů neionogenního ethoxylovaného tristyrylfenolu (Soprophor BSU). Po dokončení přidávání se směs míchá při teplotě místnosti 20 minut při použití mixéru Kitchen Aid Type. Po této době se přidá 44,5 gramů vody, po které následuje přidání 7,5 gramů vodného roztoku obsahujícího 2 % xanthamové gumy (Rhodopol 23). Po dokončení přidávání se výsledná směs míchá 2 hodiny při frekvenci otáček 400 za minutu pro získání emulze.

Příklad 9

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (240 EW) prostředku (prostředek J) s obsahem 240 g na litr.

Tento prostředek se připraví způsobem podle příkladu 8 s výjimkou toho, že se pro formulování prostředku použije zetacypermethrinu místo permethrinu.

Příklad 10

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (400 EW) prostředku (prostředek K) s obsahem 400 g na litr.

Směs 219,5 gramů vody, 28,75 gramů polyalkylenglykoetheru (Atlas G-5000) a 0,5 gramu 100% polydimethylsiloxanového odpěňovacího činidla (Dow Corning® 1520, od společnosti Dow Corning Corporation, Midland, MI) se pro rozpuštění zahřívá na 50 °C. V oddělené míchací nádobě se směs 210,65 gramů 91,3% čistého clomazonu, 19,35 gramů alkylovaného naftalen-aromatického rozpouštědla (Aromatic 200 ND) a 21,25 gramů alkyd-polyethylenglykolové pryskyřice (Atlox® 4914) pro rozpuštění zahřívá na 50 °C a potom ručně míchá 5 minut. Po této době se přidá výše připravený vodný roztok odpěňovacího činidla za použití mixéru Silverson L4RT (dostupného od společnosti Silverson Machine LTD., Anglie). Výsledná směs se ochladí na 30 až 40 °C a míchá se pro získání emulze 18 minut při frekvenci otáček 3000 až 7000 za minutu. Na závěr této doby se směs pro získání emulze míchá jednu hodinu při frekvenci otáček 300 za minutu.

Příklad 11

Tento příklad ilustruje jeden protokol pro přípravu emulzního (100 EW) prostředku (prostředek L) s obsahem 100 g na litr.

Míchaná směs 128,4 gramů bifenthrinu a 447,6 gramů alkylovaného naftalen-aromatického rozpouštědla (Aromatic 200 ND) se pro rozpuštění zahřeje na 50 °C. V oddělené míchací nádobě se směs 443,4 gramů vody, 60 gramů polyalkylenetheru glykolu

(Atlas G-5000), 0,6 gramu protimikrobiálního biocidu (Legend MK™) a 72 gramů propylenglykolu míchá 10 minut při použití mixéru Silverson L4RT. Po této době se během 5 minut přidá výše připravený roztok bifenthrinu za míchání při frekvenci otáček 5600 za minutu při použití mixéru Silverson L4RT. Výsledná směs se míchá 20 minut. V závěru této doby se během 5 minut přidá 48 gramů alkyd-polyethylenglykolové pryskyřice (Atlox® 4914) při frekvenci otáček 3600 za minutu při použití mixéru Silverson L4RT. Po dokončení přidávání se směs pro získání emulze míchá a nechá se zchladnout na teplotu místnosti.

Příklad 12

Studie stability

Tento příklad vykládá studie stability, které se provádějí na prostředcích připravených podle přítomného vynálezu.

Laboratorní zkoušky, které ukazují stabilitu emulzních (EW) prostředků se provádějí následujícím způsobem. Před zahájením zkoušek stability se počáteční procentický obsah aktivní složky (carfentrazon-ethylu) přítomné v prostředcích C, E a F, připravených výše, stanoví pomocí chromatografických technik. Po tomto stanovení se prostředky skladují při 54 °C po dobu 2 týdnů, jeden měsíc a tři měsíce. Po každém z těchto období se procentický obsah aktivní složky přítomné v prostředcích stanoví stejnými chromatografickými technikami. Výsledky těchto zkoušek jsou uvedeny v tabulce 1 dále.

Tabulka 1

Prostředek	Přítomný procentický obsah aktivní složky ¹					
	C		E		F	
Teplota	t.m. ²	54 °C	t.m.	54 °C	t.m.	54 °C
Počáteční stanovení	21,6	--	24,7	--	25,0	--
Stanovení po 2 týdnech	--	22,4	--	23,5	--	--
Stanovení po 1 měsíci	22	22,4	--	24,6	25,2	24,7
Stanovení po 3 měsících	21,7	22		24,3	25,3	24,5

¹ Průměr ze dvou stanovení

² Teplota místnosti

Výsledky uvedené v tabulce 1 naznačují, že si emulzní (EW) prostředky podle přítomného vynálezu zachovávají svou stabilitu při zvýšené teplotě.

Zatímco je tento vynález popisován s důrazem na výhodná ztělesnění, je osobě znalé oboru zřejmé, že je možné použít změny ve výhodných zařízeních a způsobech a že tyto změny jsou zamýšleny tak, že tento vynález se může provádět jinak než jak je specificky popsán zde. Podle toho, tento vynález zahrnuje všechny modifikace obsažené v duchu a rozsahu tohoto vynálezu jak jsou definovány následujícími patentovými nároky.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob přípravy stabilního, vodného prostředku vytvořeného z hydrofóbního pesticidu, kterýžto způsob zahrnuje emulgaci vodné fáze a fáze nemísitelné s vodou dostatečnou pro homogenní rozptýlení pesticidu v prostředku, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že fáze nemísitelná s vodou obsahuje hydrofóbní pesticid a jeden nebo více emulgátorů.
2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se pesticid vybere ze skupiny, která se skládá z carfentrazon-ethylu, sulfentrazonu, clomazonu, permethrinu, zetacypermethrinu a bifenthrinu.
3. Způsob podle nároku 2, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že pesticidem je carfentrazon-ethyl.
4. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že vodná fáze obsahuje pergelační/depergelační činidlo.
5. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že emulgace zahrnuje míchání vodné fáze a fáze nemísitelné s vodou při teplotě v rozmezí od asi 20 °C do asi 80 °C po dobu od asi 3 minut do asi 24 hodin.
6. Způsob podle nároku 5, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že emulgace zahrnuje míchání vodné fáze a fáze nemísitelné s vodou při teplotě v rozmezí od asi 20 °C do asi 70 °C po dobu od asi 5 minut do asi 3 hodin.
7. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že emulgátory ve fázi nemísitelné s vodou se vyberou ze skupiny, která se skládá z karboxylátu, sulfátu, sulfonátu,

alkohol-ethoxylátu, alkylfenol-ethoxylátu, ethoxylátu mastné kyseliny, sorbitan-esteru, ethoxylovaného tuku nebo oleje, amino-ethoxylátu, kopolymeru ethylenoxidu s propylenoxidem, fluorovaného uhlovodíku a polymeru křemíku.

8. Způsob podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že emulgátory ve fázi nemísitelné s vodou se vyberou ze skupiny, která se skládá z alkyd-polyethylenglykolové pryskyřice, polyakylenetheru glykolu, polyakoxylovaného nonyl-fenylu, alkoxylovaného primárního alkoholu, ethoxylovaného distyrylfenolu, ethoxylovaného distyrylfenolsulfátu, ethoxylovaného tristyrylfenolfosfátu, tristyrylfenolesteru kyseliny fosforečné, hydroxylovaného polymeru stearové kyseliny a polyalkylenglykolu a jejich odpovídajících solí.

9. Způsob podle nároku 8, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že emulgátory se vyberou ze skupiny skládající se z alkyd-polyethylenglykolové pryskyřice, polyakylenetheru glykolu, ethoxylovaného distyrylfenolu, ethoxylovaného distyrylfenolsulfátu, ethoxylovaného tristyrylfenolfosfátu, tristyrylfenolesteru kyseliny fosforečné a draselné soli tristyrylfenolfosfátu.

10. Způsob podle nároku 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že vodná fáze dále obsahuje jeden nebo více emulgátorů.

11. Způsob podle nároku 10, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že pergelační/depergelační činidlo se vybere ze skupiny, která se skládá z monoethylenglykolu, propylen-glykolu, glycerolu, močoviny a anorganických solí a emulgátor se vybere ze skupiny, která se skládá z karboxylátu, sulfátu, sulfonátu, alkohol-ethoxylátu, alkylfenol-ethoxylátu, ethoxylátu mastné kyseliny, sorbitan-esteru, ethoxylovaného

tuku nebo oleje, amino-ethoxylátu, kopolymeru ethylenoxidu s propylenoxidem, fluorovaného uhlovodíku a polymeru křemíku.

12. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že fáze nemísitelná s vodou dále obsahuje uhlovodíkové rozpouštědlo.

13. Způsob podle nároku 12, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se uhlovodíkové rozpouštědlo vybere ze skupiny, která se skládá z alkylovaného naftalen-aromátu, alkylovaného bifenyly, hydrogenovaného alifátu, isoparafinu, aromátu xylenové řady, alkyl-acetátu, mastné kyseliny, esteru, ropného oleje, rostlinného oleje a olefinu.

14. Vodný pesticidní prostředek, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že obsahuje pesticidně účinné množství hydrofóbního pesticidu.

15. Vodný pesticidní prostředek podle nároku 14, **v y z n a - č u j í c í s e t í m**, že pesticid se vybere ze skupiny skládající se z carfentrazon-ethylu, sulfentrazonu, clomazonu, permethrinu, zetacypermethrinu a bifenthrinu.

16. Vodný pesticidní prostředek podle nároku 15, **v y z n a - č u j í c í s e t í m**, že pesticidem je carfentrazon-ethyl.

17. Vodný pesticidní prostředek podle nároku 14, připravený emulgací vodné fáze a fáze nemísitelné s vodou dostatečné pro homogenní rozptýlení hydrofóbního pesticidu v prostředku, **v y - z n a č u j í c í s e t í m**, že fáze nemísitelná s vodou obsahuje hydrofóbní pesticid a jeden nebo více emulgátorů.

18. Vodný pesticidní prostředek podle nároku 17, **v y z n a -**
č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje pesticidně účinné
množství jednoho nebo více doplňkových pesticidů, které se
vyberou ze skupiny, kterou tvoří glyfosát, kyselina (2,4-
-dichlorfenoxy)octová, kyselina (4-chlor-2-methyl-
fenoxy)octová, kyselina (RS)-2-(4-chlor-o-tolyloxy)propionová,
isoproturon, imazapyr, imazamethabenz, imazethapyr, imazaquin,
acifluorfen, bifenox, fomasafen, ioxynil, bromoxynil,
chlorimuron, chlorsulfuron, bensulfuron, pyrazosulfuron,
thifensulfuron, triasulfuron, fenoxaprop, fluazifop,
chizalofop, diclofop, bentazon, butachlor, dicamba a
fluroxypyr.

19. Vodný pesticidní prostředek podle nároku 17, **v y z n a -**
č u j í c í s e t í m, že hydrofóbním pesticidem je
carfentrazon-ethyl.

20. Vodný pesticidní prostředek podle nároku 19, **v y z n a -**
č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje pesticidně účinné
množství jednoho nebo více doplňkových pesticidů, které se
vyberou ze skupiny, kterou tvoří glyfosát, kyselina (2,4-
-dichlorfenoxy)octová, kyselina (4-chlor-2-methyl-
fenoxy)octová, kyselina (RS)-2-(4-chlor-o-tolyloxy)propionová,
isoproturon, imazapyr, imazamethabenz, imazethapyr, imazaquin,
acifluorfen, bifenox, fomasafen, ioxynil, bromoxynil,
chlorimuron, chlorsulfuron, bensulfuron, pyrazosulfuron,
thifensulfuron, triasulfuron, fenoxaprop, fluazifop,
chizalofop, diclofop, bentazon, butachlor, dicamba a
fluroxypyr.