



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍU

261417
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 25/04//
A 01 N 37/22

(22) Prihlášené 08 05 87

(21) (PV 3299-87.Z)

(40) Zverejnené 15 08 88

(45) Vydané 15 05 89

(75)

Autor vynálezu

NÁDVORNÍK ROBERT ing. CSc., FRAJŠTÁK PAVOL ing.,
PÁTKOVÁ MARTA ing., POÓR ROBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Koncentrovaný emulgovateľný herbicídny prostriedok

1

2

Riešenie sa týka koncentrovaného emulgovateľného herbicídneho prostriedku na báze 2-etyl-6-metyl-N-[1-metyl-2-metoxetyl]-chlóracetanilidu s obsahom tenzidov a organického rozpúšťadla, obsahujúceho 66,5 až 73,5 % hmot. 2-etyl-6-metyl-N-[1-metyl-2-metoxetyl]-chlóracetanilidu, 20,0 až 22,0 % hmot. zmesi tenzidov tvorenej 14,0 až 17,0 % hmot. vápenatej soli alkylbenzén-sulfónovej kyseliny a 83,0 až 86,0 % hmot. kopolyméru etylénoxidu s propylénoxidom s polymerizačným stupňom 27 až 32, pričom obsahuje 37,5 až 42,5 % hmot. etylénoxidu a 57,5 až 62,5 % hmot. propylénoxidu. Herbicídny prostriedok ako zvyšok do 100 % hmot. obsahuje organické rozpúšťadlo zo skupiny cyklických ketónov ako je cyklohexanón, 3,3,5-trimetyl-5-cyklohexén-1-ón a 3-metylcyklohexanón.

Vynález sa týka koncentrovaného emulgovateľného herbicídneho prostriedku na báze 2-etyl-6-metyl-N-(1-metyl-2-metoxetyl)-chlóracetanilidu [ďalej metolachlór].

Emulgovateľný herbicídny prostriedok na báze metolachlóru sa vo forme postreku používa hlavne na ničenie lipnicovitých burín v porastoch strukovín, zemiakov, kukurice, cukrovej repy, slnečnice, repky ozimnej a mrkvy.

Metolachlór je relatívne viskózna vo vode nerozpustná kvapalina a aby bol použiteľný ako herbicídny postrekový prostriedok, musí byť upravený do formy dispergovateľnej vo vode, v tomto prípade do formy emulgovateľného koncentrátu. Emulgovateľný koncentrát metolachlóru sa musí vo vode spontánne dispergovať a jeho emulzie typu O/V [diskontinuitná fáza je roztok metolachlóru v organickom rozpúšťadle, kontinuálna fáza je voda] musia mať vysokú stálosť, t. j. emulzia emulgovateľného koncentrátu metolachlóru vo vode 30 °N tvrdej sa nesmie rozdeľovať na dve kvapalné fázy a minimálne po dobu 2 hodín sa z nej nesmie vylučovať metolachlór vo forme olejovitej kvapaliny. V zásade finálny emulgovateľný koncentrát metolachlóru obsahuje technicky čistý (technický) koncentrát metolachlóru, tenzidy a rozpúšťadlo.

V súčasnej dobe sa pri finálnej úprave metolachlóru používa ako rozpúšťadlo prevažne xylén a kombinácia anionaktívnych tenzidov napríklad na báze alkylarylsulfonátov a neionických tenzidov napríklad polyetylén glykol éterov alebo esterov. Týmto spôsobom upravený metolachlór do formy vo vode emulgovateľného koncentrátu, najmä s obsahom 70 a viac % hmot. úč. l. neposkytuje s vodou 30 °N tvrdou vždy stále emulzie, v ktorých koncentrácia prostriedku je 5 % objemových, z týchto emulzií sa často už v priebehu 2-hodinovej sedimentácie vylučuje účinná látka (úč. l.) alebo xylénový roztok úč. l. vo forme olejovitých kvapiek alebo súvislej olejovej vrstvy.

Teraz sa zistilo, že tento nedostatok v stálosti emulzií emulgovateľného koncentrátu metolachlóru odstraňuje koncentrovaný emulgovateľný herbicídny prostriedok na báze 2-etyl-6-metyl-N-(1-metyl-2-metoxetyl)-chlóracetanilidu [metolachlóru] s obsahom tenzidov a organického rozpúšťadla. Podstata vynálezu spočíva v tom, že uvedený koncentrovaný emulgovateľný herbicídny prostriedok obsahuje 66,5 až 73,5 % hmot. metolachlóru, 20,0 až 22,0 % hmot. zmesi tenzidov a zvyšok do 100 % hmot. organické rozpúšťadlo zo skupiny cyklických ketónov ako je cyklohexanón, 3,3,5-trimetyl-S-cyklohexén-1-on [izoforón] a 3-metylcyklohexanón. Zmes tenzidov je tvorená 14,0 až 17,0 % hmot. vápenatej soli alkylbenzénsulfónovej kyseliny a 83,0 až 86,0 % kopolyméru etylénoxidu s propylénoxidom, s polymeryzačným stupňom 27 až 32 a s obsahom

37,5 až 42,5 % hmot. etylénoxidu a 57,5 až 62,5 % hmot. propylénoxidu.

Výhodou koncentrovaného emulgovateľného herbicídneho prostriedku podľa vynálezu je, že sa získa emulgovateľný herbicídny prostriedok, ktorý sa vo vode spontánne emulguje a má vysokú stálosť emulzií, z ktorých sa ani po 168 hodinovej sedimentácii (7 dní) nevylučovala úč. l. vo forme olejových kvapiek alebo súvislej olejovej vrstvy.

Koncentrovaný emulgovateľný herbicídny prostriedok podľa vynálezu je špecifický proti prosovitým burinám a má široké spektrum účinku. Má veľmi dobrú skladovateľnosť, je chemicky i fyzikálno-chemicky stály.

Uvedené príklady ilustrujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

V uvedených príkladoch sa posudzovala kvalita emulgovateľného koncentrátu metolachlóru (EK metolachlór) na základe stálosti jeho vodných emulzií typu O/V [diskontinuitnou fázou je roztok metolachlóru v cyklohexanóne a kontinuálnou fázou je voda].

Stálosť emulzie je časové vymedzenie súdržnosti dispergovanej [diskontinuitnej] fázy a vody ako dispergujúceho prostredie [kontinuítnej fázy], t. j. v priebehu sedimentácie v predpísanom čase sa nesmie účinná látka vylučovať z emulzie vo forme olejových kvapiek alebo súvislej olejovej vrstvy.

Stálosti emulzií v jednotlivých uvedených príkladoch sa stanovili za týchto skúšobných podmienok:

Koncentrácia emulzie:	5 % objemových EK metolachlóru,
vody:	30 °N
vody:	20 °C.

Mernou jednotkou stálosti emulzie je objem vylúčeného sedimentu vo forme krému [krém je zahustená emulzia] v cm³ zo 100 cm³ emulzie po predpísanej dobe sedimentácie v hodinách.

Stálosti emulzií EK metolachlóru sme považovali za vyhovujúce, ak objem vylúčeného sedimentu vo forme krému po 2 hodinovej sedimentácii neprevyšoval 1 cm³.

Príklad 1

Do 7 dielov hmot. cyklohexanónu sa za miešania pridá 3,8 dielu hmot. 79 %-ného roztoku vápenatej soli alkylbenzénsulfónovej kyseliny [Ca-soli ABSK], 16,2 dielu hmot. kopolyméru etylénoxidu s propylénoxidom [kopolymér] a 73,0 dielov hmot. technického metolachlóru, ktorý obsahuje 96 % úč. l.

Reakčná zmes sa mieša cca 30 minút pri teplote maxim. 50 °C.

Zmes t. q. tenzidov (t. zn. tenzidov neprepočítaných na 100 %-né úč. l.) zodpovedá zloženiu:

19,0 % hmot. 70 %-ného roztoku Ca-soli ABSK a
81,0 % hmot. kopolyméru (kopolymér obsahuje 100 % úč. l.), čo ďalej zodpovedá zloženiu 100 %-nej zmesi tenzidov (ZT) s obsahom

14,0 % hmot. Ca-soli ABSK 100 %-nej, 86,0 % kopolyméru.

Výsledky skúšok zameraných na stanovenie stálosti emulzií EK metolachlóru.

Doba sedimentácie [h]	2	24	72	120	168
Objem sedimentu [cm ³] vylúčeného vo forme krému z emulzie čerstvo pripravenej vzorky	0,01	0,05	0,07	0,09	0,10
Objem sedimentu [cm ³] vylúčeného vo forme krému z emulzie vzorky skladovanej 14 dní pri teplote 55 °C	0,04	0,10	0,15	0,25	0,25

Príklady 2 až 4

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa mení zloženie zmesi tenzidov (ZT)

Príklad		2	3	4
Zloženie t. q. ZT [%]	70 %-ný roztok Ca-soli ABSK kopolymér	20,00 80,00	21,00 79,00	22,00 78,00
Zloženie 100 %-nej ZT [%]	Ca-sol ABSK 100 %-ná kopolymér 100 %-ný	14,90 85,10	15,70 84,30	16,50 83,50
Zloženie EK metolachlóru [%]	technický metolachlór s obsahom 96 % úč. l.	73,00	73,00	73,00
	70 %-ný roztok Ca-soli ABSK kopolymér cyklohexanón	4,00 16,00 7,00	4,20 15,80 7,00	4,40 15,60 7,00
Objem sedimentu [cm ³] vylúčeného vo forme krému z emulzie čerstvo pripravenej vzorky EK metolachlóru po	2 hod. 24 hod. 72 hod. 120 hod. 168 hod.	0,03 0,08 0,10 0,14 0,17	0,04 0,09 0,14 0,20 0,25	0,02 0,08 0,10 0,15 0,17
Objem sedimentu [cm ³] vylúčeného vo forme krému z emulzie vzorky skladovanej 14 dní pri 55 °C po	2 hod. 24 hod. 72 hod. 120 hod. 168 hod.	0,04 0,10 0,15 0,15 0,20	nestanovené nestanovené nestanovené nestanovené nestanovené	

Príklady 5 až 8

Postup ako v príklade 1, rozdiel spočíva v množstve pomocných látok, v obsahu t. q. ZT v EK metolachlóru, v zložení ZT a v koncentracii roztoku Ca-soli ABSK. Zloženie ZT, EK metolachlóru a výsledky sedimentačných skúšok sú uvedené v nasledovnej tabuľke.

Príklad		5	6	7	8
Zloženie t. q. ZT [%]	36,3 %-ný roztok Ca-soli ABSK kopolymér	31,00 69,00	33,00 67,00	33,75 66,25	35,00 65,00
Zloženie 100 %-nej ZT [%]	Ca-sol ABSK 100 % kopolymér	14,00 86,00	15,20 84,80	15,60 84,40	16,35 83,35
Zloženie EK metolachlóru [%]	technický metolachlór 96 % úč. l.	73,00	73,00	73,00	73,00
	36,3 %-ný roztok Ca-soli ABSK kopolymér cyklohexanón	6,82 15,18 5,00	7,26 14,74 5,00	7,43 14,57 5,00	7,70 14,30 5,00
Objem sedimentu [cm ³] vylúčeného vo forme krému z emulzie čerstvo pripravenej vzorky EK metolachlóru po	2 hod. 24 hod. 72 hod. 120 hod. 168 hod.	0,09 0,23 0,27 0,28 0,31	0,09 0,24 0,29 0,30 0,32	0,08 0,24 0,30 0,30 0,30	0,13 0,30 0,34 0,37 0,40

Príklady 9 až 11

Postup ako v príklade 1, rozdiel je v množstve pomocných látok a koncentracii xylénového roztoku Ca-soli ABSK, ktorá obsahuje 37,8 % hmot. Ca-soli ABSK. Zloženie ZT, EK metolachlóru a výsledky sedimentačných skúšok sú zahrnuté v ďalej uvedenom prehľade.

Príklad		9	10	11
Zloženie t. q. ZT	37,8 %-ný roztok Ca-soli ABSK	30,00	32,00	34,00
[%]	kopolymér	70,00	68,00	66,00
Zloženie 100 %-nej	Ca-sol ABSK 100 %-ná	13,90	15,10	84,90
ZT [%]	kopolymér	86,10	84,9	83,70
Zloženie EK metola-	technický metolachlór 96 % úč. látky	73,00	73,00	73,00
chlóru [%]	37,8 %-ný roztok Ca-soli ABSK	6,60	7,04	7,48
	kopolymér	15,40	14,96	14,52
	cyklohexanón	5,00	5,00	5,00
Objem sedimentu [cm ³]	vylúčeného	2 hod.	0,04	0,06
vo forme krému z emulzie EK	24 hod.	0,18	0,18	0,24
metolachlóru po	72 hod.	0,23	0,25	0,28
	120 hod.	0,28	0,28	0,34
	168 hod.	0,31	0,32	0,37

Príklady 12 až 14

Postup ako v príklade 1, druh pomocných látok ako v príkladoch 1 až 11, rozdiel je v množstve pomocných látok a v koncentracii xylénového roztoku Ca-soli ABSK, ktorý obsahuje 40,6 % hmot. Ca-soli ABSK.

Príklad		12	13	14
Zloženie t. q. ZT	40,6 %-ný roztok Ca-soli ABSK	28,40	30,70	34,10
[%]	kopolymér	71,60	69,30	65,90
Zloženie 100 %-nej	Ca-sol ABSK 100 %-ná	14,00	15,20	15,90
ZT [%]	kopolymér	86,00	84,80	84,10
Zloženie EK metola-	technický metolachlór s obsahom	73,00	73,00	73,00
chlóru [%]	96,5 % hmot. úč. látky			
	40,6 %-ný roztok Ca-soli ABSK	6,25	6,75	7,50
	kopolymér	15,75	15,25	14,50
	cyklohexanón	5,00	5,00	5,00
Objem sedimentu [cm ³]	vylúčeného	2 hod.	0,13	0,10
vo forme krému z emulzie EK	24 hod.	0,25	0,15	0,25
metolachlóru po	72 hod.	0,30	0,30	0,30
	120 hod.	0,34	0,34	0,40
	168 hod.	0,36	0,37	0,44

Príklady 15 až 17

Postup ako v príklade 1, rozdiel je v obsahu tenzidov v emulgovateľnom koncentráte, v koncentracii xylénového roztoku Ca-soli ABSK a v druhu organických rozpúšťadiel. Namiesto cyklohexanónu sa použili ďalšie rozpúšťadlá zo skupiny cyklických ketónov, a to 3,3,5-trimetyl-5-cyklohexán-1-ón (izoforón a 3-metylcyklohexanón).

Príklad		15	16	17
Zloženie t. q. ZT	35,85 %-ný roztok Ca-soli ABSK	34,55	33,64	31,20
[%]	kopolymér	65,45	66,36	68,80
Zloženie 100 %-nej	Ca-sol ABSK 100 %-ná	16,00	15,50	14,00
ZT [%]	kopolymér	84,00	84,50	86,00
Zloženie EK metola-	technický metolachlór s obsahom	73,00	73,00	73,00
chlóru [%]	96,5 % hmot. úč. látky			
	35,85 %-ný roztok Ca-soli ABSK	7,60	7,40	6,90
	kopolymér	14,40	14,60	15,10
	izoforón	5,00	5,00	—
	3-metylcyklohexanón	—	—	5,00
Objem sedimentu [cm ³]	vylúčeného vo	2 hod.	0,10	0,15
forme krému z emulzie čerstvo pripra-	24 hod.	0,20	0,25	0,20
venej vzorky EK metolachlóru (konc.				
emulzie 5 % obj., voda 30 °N) po				

PREDMET VYNÁLEZU

Koncentrovaný emulgovateľný herbicídny prostriedok na báze 2-etyl-6-metyl-N-(1-metyl-2-metoxetyl) chlóracetanilidu s obsahom tenzidov a organického rozpúšťadla vyznačujúci sa tým, že obsahuje hmotnostne

66,5 až 73,5 % 2-etyl-6-metyl-N-(1-metyl-2-metoxetyl)chlóracetanilidu,

20,0 až 22,0 % zmesi tenzidov, pozostávajúcej z

14,0 až 17,0 % vápenatej soli alkylbenzénsulfónovej kyseliny a

83,0 až 86,0 % kopolyméru etylénoxidu s propylénoxidom s polymerizačným stupňom 27 až 32, pričom obsahuje 37,5 až 42 % etylénoxidu a 57,5 až 62,5 % propylénoxidu

a zvyšok do

100 % organické rozpúšťadlo zo skupiny cyklických ketónov ako je cyklohexanón, 3,3,5-trimetyl-5-cyklohexán-1-ón a 3-metylcyklohexanón.