



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

257255

(11)

(82)

(51) Int. Cl.⁴

A 01 N 43/48

(22) Přihlášeno 19 03 82
(21) PV 1923-82
(32) (31)(33) Právo přednosti od 20 03 81
(81 05798) a od 05 02 82 (82 02020)
Francie

(40) Zveřejněno 17 09 87

(45) Vydáno 15 03 89

(72) Autor vynálezu

MARGOSSIAN ALBERT, CHENNEVIERES S/MARNE (Francie)

(73) Majitel patentu

RHONE-POULENC AGROCHIMIE, LYON (Francie)

(54) Fungicidní prostředek

Fungicidní prostředek použitelný v zemědělství na bázi iprodionu, vyznačený tím, že sestává hmotnostně z a) 20 až 40 % iprodionu, b) emulze "olej ve vodě" obsahující 50 až 160 % hmotnostně, vztaženo na iprodion, oleje, jehož hydrofilně-lipofilní rovnováha má hodnotu 8 až 12 ve stupnici hodnot hydrofilně-lipofilní rovnováhy pro přípravu emulze "olej ve vodě", c) 0,1 až 2 % neionogenního emulgátoru typu kondensátu jednoho nebo více mastných alkoholů obsahujících 12 až 14 atomů uhlíku s 8 až 12 mol ethylenoxidu, d) popřípadě 0,5 až 2,5 % v podstatě neutrálního hydrofilního oxidu křemičitého.

Předložený vynález se týká nového fungicidního prostředku na basi iprodionu.

Iprodion je dobře známý název pro fungicid použitelný v zemědělství, jehož chemický název je 1-isopropylkarbamoyl-3-(3,5-dichlorfenyl)hydantoin. Tento fungicid je vynikajícím způsobem účinný proti plísňovým onemocněním rostlin, zejména proti plísni šedé u vinné révy.

Až dosud se tato aktivní složka prodávala zejména ve formě smáčitelného prášku. Tato úprava má nevýhody spočívající v tom, že se při zpracování disperguje do atmosféry prach, a to jak při jeho dávkování do pytlů, tak při ředění smáčitelného prášku vodou během přípravy suspenze. Dále tato formulace se může smývat s povrchu listů nebo semen při silném dešti.

Účelem předloženého vynálezu je odstranění těchto nevýhod. Předložený vynález se týká fungicidního prostředku na basi iprodionu, který se vyznačuje tím, že sestává hmotnostně z

a) 20 až 40 % iprodionu,

b) emulze "olej ve vodě" obsahující 50 až 160 % hmotnostně, vztaženo na iprodion, oleje, jehož hydrofilně-lipofilní rovnováha (HLB) má hodnotu 8 až 12, s výhodou 10 až 11, ve stupnici hodnot hydrofilně-lipofilní rovnováhy pro přípravu emulze "olej ve vodě",

c) 0,1 až 2 % neionogenního emulgátoru typu kondezátu jednoho nebo více mastných alkoholů obsahujících 12 až 14 atomů uhlíku s 8 až 12 moly ethylenoxidu,

d) popřípadě 0,5 až 2,5 % v podstatě neutrálního hydrofilního oxidu křemičitého,

a zbytek do 100 % obsahuje vodu a případné přísady.

Prostředek podle vynálezu je koncentrovanou suspensí iprodionu v emulsi "olej ve vodě". Tyto kapalné formulace se často v praxi uvádějí jako "fluidní pasty", "krémy" nebo "tekuté prostředky".

V těchto prostředcích je aktivní složka na basi iprodionu ve formě pevných částic, které mají průměrnou velikost menší než 10 mikronů a s výhodou se průměrná velikost pohybuje od 1 do 5 mikronů.

Olej, který se může použít v prostředcích podle vynálezu, může být různých typů, pokud rozpustí od 1 do 5 g iprodionu na litr oleje při běžné teplotě a pokud jeho hydrofilně-lipofilní rovnováha (HLB) má hodnotu 8 až 12, s výhodou 10 až 11, v HLB stupnici vyžadované pro přípravu emulze "olej ve vodě" a jehož viskozita se s výhodou pohybuje v rozmezí od 2×10^{-5} do 3×10^{-5} m²/s. Hydrofilně-lipofilní rovnováha je definována a stanovena podle "Pesticide formulation" - Wade Van Valenburg nakladatelství Marcel Dekker Inc., New York 1973.

Tyto oleje mohou být minerálními oleji, jako jsou čištěné petrolejové oleje, běžně uváděné jako bílé oleje s teplotou varu mezi 300 a 400 °C při atmosférickém tlaku, jejichž hlavní část je tvořena parafinickými uhlovodíky, s výhodou takové, kde minimálně 92 % látek nemůže být sulfonována. Rovněž tak se mohou použít určité rostlinné oleje, které vykazují hydrofilně-lipofilní rovnováhu ve výše uvedeném rozmezí, jako jsou například podzemnicový olej, kukuřičný klíčkový olej nebo řepkový olej.

Jinou důležitou složkou prostředku podle předloženého vynálezu je určitý emulgátor typu kondenzátu ethylenoxidu a mastného alkoholu, který je kondensátem jednoho nebo více nerozvětvených nebo rozvětvených mastných alkoholů s 12 až 14 atomy uhlíku, s výhodou 13 atomy uhlíku s 8 až 12 moly, s výhodou 9 až 10 moly, ethylenoxidu, který stabilizuje koncentrované suspenze iprodionu v emulsi "olej ve vodě" a působí jak jako dispersně smáčecí činidlo pro iprodion, tak jako emulgátor pro binární systém "olej - voda".

V určitých případech, jestliže je žádoucí snížit množství oleje, aby se snížila jakákoli možná fytotoxicita bez snížení biologických vlastností prostředku, může být výhodné přidávat do prostředku 0,5 až 2,5 % hmotnostně, s výhodou v podstatě neutrálního hydrofilního oxidu křemičitého. Ve smyslu předloženého vynálezu výraz "hydrofilní oxid křemičitý" znamená s výhodou syntetický oxid křemičitý, jako je ultrajemný hydratovaný vysrážený oxid křemičitý s vysokým specifickým povrchem v rozmezí 200 až 300 m²/g, měřeno B.E.T metodou. Oxid křemičitý tohoto typu je v podstatě neutrální, to je jeho pH ve vodné suspenzi $7 \pm 0,5$. V praxi je výhodný neutrální nebo slabě kyselý oxid křemičitý.

Prostředky podle vynálezu mohou také obsahovat běžné přísady, jako jsou modifikátory viskozity, (obecně od 0,05 do 0,1 % hmot.) polysacharidového typu, zejména heteropolysacharidy vznikající fermentací sacharidů mikroorganismy typu xanthomonas, dispersně-fluiditní činidla typu kondensátu ethylenoxid/polyarylfenol, s výhodou ve formě kyselého fosfátu (obecně od 0,5 do 2,5 % hmotnostně), činidla proti mrznutí, jako je ethylenglykol, nebo propylenglykol (obecně od 5 do 10 % hmotnostně), činidla proti pění, jako jsou emulze silikonového oleje (obecně od 0,2 do 0,6 % hmotnostně) a konzervační činidla proti mikrobiálnímu růstu (obecně od 0,1 do 0,2 % hmotnostně) jako je formaldehyd.

Prostředky podle vynálezu se mohou připravit například ve třech stupních.

První stupeň sestává z přípravy emulze "olej ve vodě" v tanku opatřeném intenzivním mícháním, tak, že se olej do vody obsahující ostatní ve vodě rozpustné přísady a případně emulgátor.

Ve druhém stupni se za pokračujícího míchání iprodion ve formě jemného prášku disperguje v olejové emulsi. Získaná suspence se pak zjemní v mlýnu, například v kulovém mlýnu typu jako je DYNO-MILL.

Ve třetím konečném stupni se v malém množství vody obsahující konzervační prostředek (40% vodný roztok formaldehydu) disperguje modifikátor viskozity heteropolysacharidového typu a/nebo neutrální hydrofilní oxid křemičitý. Tato disperze se přidá do suspence iprodionu popsané výše.

Kromě toho, že prostředky podle vynálezu jsou tekuté, se kterými se snadněji manipuluje než se smáčitelnými prášky, mají olejové prostředky iprodionu podle vynálezu ještě tu výhodu, že zvyšují fungicidní účinnost, jestliže se aplikují jako postřik pro hubení plísňových onemocnění u rostlin (vinná réva, saláty, rajčata, jahody, stromy s malým ovocem apod.) a zejména jestliže se používají proti plísni šedé (Botrytis cinerea), aniž by byly fytotoxické.

Následující příklady prostředků podle vynálezu blíže objasňují, aniž by jej jakýmkoli způsobem omezovaly a dále objasňují jeho biologické vlastnosti.

P ř í k l a d 1

Připraví se olejová suspence, která má následující složení v hmotnostních procentech:

iprodion s průměrnou velikostí částiček řádově 2 mikrony	25,0
---	------

parafinický minerální olej obsahující více než 70 % parafinu s hodnotou hydrofilně-lipofilní rovnováhy 10,5 a rozpuštějící 1 g iprodionu v litru	33,0
---	------

emulgátor na basi kondensátu 9 až 10 molů ethylenoxidu se synte- tickými alkoholy s 13 atomy uhlíku	0,8
---	-----

fosfát kondensátu ethylenoxidu a polystyrenfenolu	2,5
kondensát ethylenoxid-poly- alkylfenol	0,5
ethylenglykol	5,0
heteropolysacharid (Rhodopol 23)	0,065
formaldehyd (40 % vodný roztok)	0,15
silikonová emulze	0,5
voda do	100,0.

Nejprve se smísí v tanku voda, glykol, silikonová emulze a povrchově aktivní činidla, včetně emulgátoru. Směs se míchá, až vznikne úplná disperze, která se pak naleje do směsi.

Za pokračujícího míchání se přidá iprodion. Získá se emulze, která se rozemele v mlýnu DYNO-MILL a získá se koncentrovaná suspence iprodionu.

Ve třetím a konečném stupni se do suspence iprodionu přidá modifikátor viskozity (heteropolysacharid), předem dispergovaný v malém množství vody obsahující konservační činidlo (40 % roztok formaldehydu) a získá se fluidní pasta nebo koncentrovaná disperze připravená pro použití.

P ř í k l a d 2

Postupem podle příkladu 1 se připraví olejová suspence, která má následující složení v hmotnostních procentech:

iprodion	30,0
minerální olej obsahující více než 70 % parafinu s hodnotou hydrofil- ně-lipofilní rovnováhy 10 a roz- pouštějící 1,2 g iprodionu v litru oleje	20,0
ethylenglykol	5,0
kondensáty 8 až 10 molů ethylenoxidu se syntetickými alkoholy s 13 atomy uhlíku	0,8
kyselý fosfát kondensátu ethylen- oxidu a polystyrenfenolu	1,2
emulze silikonového oleje	0,5
syntetický neutrální hydrofilní oxid křemičitý (B.E.T povrchová plocha 200 m ² /g)	2,0
voda do	100,0.

P ř í k l a d 3

Postupem podle příkladu 1 se připraví koncentrovaná olejová suspence, která má následující složení v hmotnostních procentech:

iprodion	37,5
minerální olej obsahující více než 70 % parafinů s hodnotou hydrofilně-lipofilní rovnováhy 11 a rozpouštějící 1 g iprodionu v litru oleje	20,0
ethylenglykol	5,0
kondensáty 9 až 10 molů ethylenoxidu se syntetickými alkoholy s 13 atomy uhlíku	1,0
kyselý fosfát kondensátu ethylenoxidu a polystyrenfenolu	1,5
emulze silikonového oleje	0,5
neutrální hydrofilní vysrážený oxid křemičitý (B.E.T povrchová plocha 300 m ² /g)	1,25
voda do	100,0.

P ř í k l a d 4

Postupem podle příkladu 1 se připraví koncentrovaná olejová suspence, která má následující složení v hmotnostních procentech:

iprodion	37,5
průmyslový podzemnicový olej rozpouštějící 3,5 g iprodionu na litr	20,0
ethylenglykol	5,0
kondensáty 9 až 10 molů ethylenoxidu se syntetickými alkoholy s 13 atomy uhlíku	1,0
kyselý fosfát kondesátu ethylenoxidu a polystyrenfenolu	2,0
emulze silikonového oleje	0,5
neutrální hydrofilní oxid křemičitý	1,0
voda do	100,0.

P ř í k l a d 5

Postupem podle příkladu 1 se připraví koncentrovaná olejová suspence, která má následující složení v hmotnostních procentech:

iprodion	26,0
parafinický minerální olej obsahující více než 70 % parafinu s hodnotou hydrofilně-lipofilní rovnováhy 10,5 a rozpouštějící 4,5 g iprodionu na litr	32,2
emulgátor na basi kondensátu 9 až 10 molů ethylenoxidu se syntetickými alkoholy s 13 atomy uhlíku	0,8
fosfát kondensátu ethylenoxidu a polystyrenfenolu	2,5
kondensát ethylenoxidu a polyalkylfenolu	0,5
propylenglykol	5,0
heteropolysacharid (Rhodopol 23)	0,65
formaldehyd (40% vodný roztok)	1,5
voda do	100,0.

P ř í k l a d 6

Polní fungicidní testy na plíseň šedou (*Botrytis cinerea*) na vinné révě.

Tyto testy byly provedeny na plochách vinohradu 50 m² tak, že se pro srovnávací účely aplikují stejné dávky na hektar obchodního smáčitelného prášku obsahujícího 50 % hmot. iprodionu a prostředek podle příkladu 1. Ošetření bylo provedeno podle následujícího programu:

Prvé ošetření:

V době, kdy opadávají okvětní lístky, tak, aby se vyčistily dehydratované květní části, které mohou zůstat připojené na semena a chránit lodyhu.

Druhé ošetření:

Před tím, než hrozny zesílí, to je dokud je ještě možno dosáhnout lodyhy postřikem, aby se tato chránila proti napadení plísni.

Třetí ošetření:

Jakmile začne zrání, to je od doby, kdy se ovoce stává citlivé pro napadení botrytidou, která způsobuje u vinné révy šedivou plíseň.

Čtvrté ošetření:

Asi tři týdny před vinobraním, aby se zajistila sklizeň ve zdravém stavu, a to v době, kdy fyziologické a klimatické podmínky jsou často velmi výhodné pro vývin plísně.

Tato ošetření se provádějí pneumatickým postřikem při malém objemu na hektar, to je od 100 do 300 litrů na hektar, přičemž postřik byl směřován na hrozny (lokální aplikace) a v dávce 750 g aktivní látky na hektar na jedno ošetření.

Kontaminace botrytidou probíhá přirozeně v měsících září a říjnu, které jsou vlhké a jsou časté noční mlhy.

Samozřejmě stejné plochy se ponechají neošetřené a slouží jako kontrolní.

Při sklizni se množství plísně v ovoci srovnává s kontrolní kontaminovanou a neošetřenou vinnou révou.

Za těchto podmínek bylo nalezeno, že plochy neošetřené kontrolní vinné révy jsou napadeny stupněm 41 % a obchodní prostředek iprodionu ve formě 50 % smáčitelného prášku má průměrný účinek nebo ochranu 34 %, zatímco prostředek podle příkladu 1, aplikovaný ve stejné dávce aktivní látky na hektar má ochranný účinek 61 %.

Dále prostředek podle příkladu 1 je úplně selektivní na vinnou révu.

P ř í k l a d 7

Polní fungicidní testy na plíseň šedou (*Botrytis cinerea*) u fazolí.

Tyto testy se provádějí na plochách 5 m² se zasetými fazolemi, přičemž se aplikují pro srovnávací účely stejné dávky na hektar obchodního smáčitelného prášku obsahujícího 50 % hmot. iprodionu a prostředku podle příkladu 1. Aplikace se provádí podle následujícího programu, přičemž každé ošetření se provádí pneumatickým postřikem s malým objemem na hektar (od 100 do 300 litrů na hektar) v dávce 750 g/ha.

Prvé ošetření: při započetí kvetení.

Druhé ošetření: při ukončení kvetení.

Některé plochy se nechají bez ošetření a slouží jako kontroly.

Kontaminace probíhá přirozeně.

Za těchto podmínek bylo při sklizni nalezeno, že

Kontrolní plochy jsou napadeny z 27 %,

plody ošetřené iprodionem ve formě smáčitelného prášku jsou napadeny asi z 15 % a

plody ošetřené iprodionem formulovaným podle vynálezu jsou napadeny pouze z 4,5 %.

P ř í k l a d 8

Test na resistenci vůči dešti.

Rajčata Eurocross B výšky 15 cm se postřikají buď iprodionem ve formě 50 % hmot. smáčitelného komerčního prášku nebo iprodionem formulovaným podle příkladu 1. Obě formulace se aplikují

ve stejné dávce 375 g aktivní složky na 1 000 litrů. Listy se ponechají zaschnout. Několik rostlin se pak vystaví různému stupni umělého deště vyvolaného aparaturou simulující déšť. Vzorok listů se odebírají z každého druhu deště a očkují se pufovaným myceliem *Botrytis cinerea* a pak se ponechají inkubovat 4 dny při 20 °C v osvětlené atmosféře nasycené vlhkostí. Sleduje se pak napadení onemocněním.

Za těchto podmínek bylo nalezeno,

- a) při zalévání 5 mm deště jsou kontroly úplně kontaminovány,
- b) při 5 mm deště, vzorky ošetřené iprodionem ve formě smáčitelného prášku jsou napadeny z 56 % ve srovnání s 36 % pro vzorky ošetřené iprodionem formulovaným podle vynálezu a
- c) při dešti 10 mm, vzorky ošetřené iprodionem ve formě smáčitelného prášku jsou napadeny z 87 % ve srovnání s pouze 31 % pro vzorky ošetřené iprodionem formulovaným podle vynálezu.

Příklady jasně ukazují zřetelné a překvapivé zlepšení účinnosti iprodionu při použití prostředku podle vynálezu.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Fungicidní prostředek použitelný v zemědělství na basi iprodionu, vyznačený tím, že sestává hmotnostně z

- a) 20 až 40 % iprodionu,
- b) emulze "olej ve vodě" obsahující 50 až 160 % hmotnostně, vztaženo na iprodion, oleje, jehož hydrofilně-lipofilní rovnováha má hodnotu 8 až 12 ve stupnici hodnot hydrofilně-lipofilní rovnováhy pro přípravu emulze "olej ve vodě",
- c) 0,1 až 2 % neionogenního emulgátoru typu kondesátu jednoho nebo více mastných alkoholů obsahujících 12 až 14 atomů uhlíku s 8 až 12 moly ethylenoxidu,
- d) popřípadě 0,5 až 2,5 % v podstatě neutrálního hydrofilního oxidu křemičitého.

2. Fungicidní prostředek podle bodu 1, vyznačený tím, že jako olej obsahuje olej s hodnotou hydrofilně-lipofilní rovnováhy od 10 do 11.

3. Fungicidní prostředek podle bodů 1 a 2, vyznačený tím, že jako olej obsahuje olej, který rozpouští 1 až 5 g iprodionu na jeden litr.

4. Fungicidní prostředek podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že jako olej obsahuje minerální olej.

5. Fungicidní prostředek podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že jako olej obsahuje rostlinný olej.

6. Fungicidní prostředek podle bodu 1, vyznačený tím, že jako emulgátor obsahuje kondenzát syntetického alkoholu obsahujícího 13 atomů uhlíku s 9 až 10 moly ethylenoxidu.

7. Fungicidní prostředek podle bodů 1 až 6, vyznačený tím, že jako oxid křemičitý obsahuje je hydratovaný vysrážený oxid křemičitý mající B.E.T specifický povrch od 200 do 300 m²/g.