



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

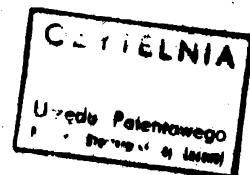
Zgłoszono: 78-10-11 (P. 210208)

Pierwszeństwo: 77-10-12 Stany Zjednoczone
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 79-07-02

Opis patentowy opublikowano: 85-08-27

Int. Cl.⁸ A01N 25/02
A01N 25/30



Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: E. I. Du Pont de Nemours and Company, Wil-
mington (Stany Zjednoczone Ameryki)

Dyspergowalny w wodzie triazynowy środek chwastobójczy

1

Przedmiotem wynalazku jest dyspergowalny w wodzie triazynowy środek chwastobójczy do spryskiwania, a zwłaszcza środek, który można stosować w dużym stężeniu, nie narażając na zatkanie dyszy spryskiwacza.

Znane jest wytwarzanie środków chwastobójczych w postaci preparatów dyspergowalnych w wodzie, łatwo mieszających się z wodą i stosowanych za pomocą spryskiwaczy. Ważną grupą związków o działaniu chwastobójczym wchodzących w skład środków stosowanych w ten sposób są symetryczne triazynodiony, wśród których w najszerszym użyciu jest 1-metylo-3-cykloheksylo-6-dwumetyloamino-s-triazynodion-2,4/1H,3H/. Preparaty zawierające ten związek sprzedawane są na całym świecie pod nazwą handlową Velpar^R — związku chwastobójcze (jest to nazwa handlowa firmy E.I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware).

Jedną z wad wielu preparatów chwastobójczych jest to, że zawarty w nich składnik czynny ma ograniczoną rozpuszczalność w wodzie, w której dysperguje się go w takiej temperaturze, w jakiej następnie prowadzi się spryskiwanie.

Z tego powodu, dotychczas, stężenie wodnych dyspersji wielu środków chwastobójczych musiało być ograniczane do poziomów niższych od granic ich rozpuszczalności, aby uniknąć krystalizacji środka wewnątrz spryskiwacza i towarzyszącego temu zatkania dyszy spryskiwacza. Zatkanie się dy-

2

szy jest najbardziej prawdopodobne wtedy, gdy dowolny wymiar kryształu osiągnie 150 μ . Zatkanie jest szkodliwe ekonomicznie, ponieważ następują przerwy w operacjach oprysku w czasie, gdy trwa usuwanie materiału powodującego zatkanie dyszy. Dlatego też potrzebny jest bardzo dla celów praktycznych środek do spryskiwania charakteryzujący się mniejszymi skłonnościami do zatkania dysz, który mógłby być przy tym stosowany we względnie wysokich stężeniach.

Ważny symetryczny triazynodion, 1-metylo-3-cykloheksylo-6-dwumetyloamino-s-triazynodion-2,4/1H,3H/, jest jednym z tych związków, który ze względu na ograniczoną rozpuszczalność w wodzie, powoduje częste zatkanie dysz, jeżeli stosuje się go w stężeniach wyższych od jego granicznej rozpuszczalności w temperaturach niższych od około 37°C. Z tego powodu ciekłe preparaty do spryskiwania zawierające Velpar^R jako związek czynny chwastobójczy mają stężenie ograniczone do 2-3% wagowych, w przeliczeniu na czysty związek triazynowy, pomimo ogrzewania ich w celu podwyższenia rozpuszczalności.

Celem wynalazku jest wytwarzanie preparatu środka chwastobójczego o korzystniejszej charakterystyce krystalizacji i stanie zdyspergowania w wodzie o temperaturze niższej od około 37°C, w stężeniach wyższych od granicznych rozpuszczalności triazyny.

Stwierdzono, że cel ten można osiągnąć przez

dodanie do znanego triazynowego środka chwastobójczego środka powierzchniowo-czynnego.

Dyspergowalny w wodzie triazynowy środek chwastobójczy według wynalazku, zawierający jako substancję czynną 1-metylo-3-cykloheksylo-6-
 5 -dwumetyloamino-s-triazynodion-2,4/1H,3H/, charak-
 teryzuje się tym, że zawiera środek powierzch-
 niowo-czynny, taki jak kwas izopropylonaftaleno-
 sulfonowy i jego sole z metalami alkalicznymi lub
 10 metalami ziem alkalicznych, w ilości co najmniej
 2% wagowych, w przeliczeniu na suchą triazynę,
 wystarczającej do nadania korzystniejszej charak-
 terystyki krystalizacji składnikowi triazynowemu
 środka.

Składnikiem, czynnym środka chwastobójczego
 według wynalazku jest wspomniany wyżej triazy-
 nodion. Jednakże składnik ten może być stosowa-
 ny w połączeniu z innymi środkami chwastobój-
 czymi lub związkami posiadającymi pożądaną ak-
 tywność biologiczną, o ile ten dodatkowy składnik
 20 aktywny nie spowoduje zatykania dysz w warun-
 kach stosowania środka. Dlatego też, środek chwa-
 stobójczy zawierający triazynodion może być uży-
 wany z innymi herbicydami, takimi jak diuron,
 25 terbacil i atrazyna.

W większości przypadków korzystne jest przygo-
 towywanie składnika czynnego środka chwasto-
 bójczego w zwykły sposób, zależny od metody ze-
 stawiania preparatu. Dodatkami do preparatów są
 30 środki zwilżające, dyspergujące, spajające, środki
 przeciwdziałające tworzeniu się kłaczków, środki
 przeciw zbrylaniu, wypełniacze, rozcieńczalniki i
 tym podobne.

Przy zestawianiu środka według wynalazku
 35 składnik powierzchniowo-czynny służy również jako
 środek zwilżający. Dlatego ilość środka zwilżają-
 cego, która zwykle byłaby potrzebna, może być
 zazwyczaj obniżona odpowiednio do ilości doda-
 wanego środka powierzchniowo-czynnego — izo-
 40 propylonaftalenosulfonianu.

Minimalna ilość aktywnego powierzchniowo
 45 składnika w stosunku do triazynodionu jest bar-
 dzo ważna i musi ona wynosić co najmniej około
 2% wagowych, a korzystnie co najmniej około
 5% wagowych, w przeliczeniu na związek triazy-
 nowy w stanie suchym, aby można było uzyskać
 skuteczną modyfikację charakterystyk krystaliza-
 cji związku triazynowego.

Granicą górną zawartości składnika powierzch-
 niowo-czynnego nie ma istotnego znaczenia, o ile
 nie zakłóca reologii układu, przy czym w celu
 uzyskania odpowiedniej modyfikacji krystalizowa-
 nia, nie potrzeba większego dodatku składnika po-
 50 wierzchniowo-czynnego niż około 10% wagowych,
 w przeliczeniu na suchy związek triazynowy. Tym
 niemniej, można stosować dodatkowe ilości oma-
 wianego składnika, aby osiągnąć dalej idący efekt
 zwilżalności, nie wpływając szkodliwie na charak-
 terystykę krystalizacji środka. Minimalna skutecz-
 na ilość danego środka powierzchniowo-czynnego
 może oczywiście być zwiększona na skutek włą-
 czenia w skład środka takich materiałów obojęt-
 nych, jak rozcieńczalniki i wypełniacze.

W obrębie określanych powyżej ograniczeń co
 55

do ilości sulfonianowego środka powierzchniowo-
 czynnego w stosunku do triazynodionów można ze-
 stawiać środek według wynalazku w zwykły spo-
 sób. Preparatami środka mogą być stężone prepa-
 raty w formie cząstek stałych, takie jak pyły,
 granulki, pastylki i zwilżalne proszki. Związek
 triazynowy można dodawać do kompozycji przed,
 w czasie lub po dodaniu sulfonianowego środka
 10 powierzchniowo-czynnego. Przykładowo preparat
 może zawierać drobne cząstki triazyny i sulfonian
 jako domieszkę lub sulfonian może być wprowa-
 dzony albo do wnętrza, bądź też jako powłoka
 cząstek triazyny.

Środek według wynalazku może być również
 15 preparowany w postaci płynnych zawiesin lub roz-
 tworów, w których triazyna jest zdyspergowana
 lub rozpuszczona w wodnym roztworze sulfonia-
 nowego środka powierzchniowo-czynnego. Kompo-
 zycje o wysokim stężeniu używane są jako pół-
 20 produkty, z których w wyniku dalszej obróbki
 lub rozcieńczania w wodzie, otrzymuje się prepa-
 raty do spryskiwania.

Preparaty środka ogólnie biorąc zawierają 1—
 25 —99% wagowych składnika lub składników ak-
 tywnych i co najmniej jeden z następujących skła-
 dników: (a) środek lub środki powierzchniowo-
 czynne w ilości 0,1—20% i (b) stały lub ciekły
 30 rozcieńczalnik lub rozcieńczalniki w ilości 1—99%.
 Przedstawiając skład środka dokładniej, można go-
 ując w następujących przybliżonych proporcjach:

	Procent wagowy w przeliczeniu na suchą substancję		
	Składnik czynny	Rozcieńczalnik (i)	Środek (środki) powierzchniowo-czynny
Zwilżalne proszki	20—90	0—74	1—10
Zawiesiny, emulsje i roztwory olejowe (w tym koncentraty do emulgowania)	5—50	40—95	0—15
Zawiesiny wodne	10—50	40—84	1—20
Pyły	1—25	70—99	0—5
Granulki i tabletki	1—95	5—99	0—15
Preparaty stężone	90—99	0—10	0—6

W zależności od zamierzonego użytkowania i
 60 właściwości fizycznych związku czynnego można
 go oczywiście dodawać do preparatu w mniejszym
 lub większym stężeniu. Czasami korzystne jest
 utrzymywanie wyższych stosunków środka po-
 wierzchniowo-czynnego do substancji czynnej. W
 takim przypadku, środek powierzchniowo-czynny
 wprowadza się do preparatu lub miesza się go
 ze środkiem w zbiorniku.

Typowe rozcieńczalniki stałe opisane są w książce Watkins i in. „Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers”, wydanie 2, Dorland Books, Calwell, N.J. Rozcieńczalniki o lepszych zdolnościach absorpcyjnych są bardziej przydatne dla zwilżalnych proszków, a rozcieńczalniki o większej gęstości dla pyłów. Typowe rozcieńczalniki ciekłe i roztwory opisane są w publikacji Marsdena „Solvents Guide”, wydanie 2, Inerscience, Nowy Jork, 1950. Rozpuszczalność poniżej 0,1% jest korzystna dla koncentratów zawiesin.

Koncentraty roztworów są korzystnie odporne na rozdzielanie się faz w temperaturze 0°C. „McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual”, MC Publishing Co, Ridgewood, New Jersey, jak również Sisley and Wood, „Encyclopedia of Surface Active Agents”, Chemical Publ. Co. Inc, New York, 1964, zawiera zestawienie środków powierzchniowo-czynnych i wskazówki ich użytkowania. Wszystkie preparaty zawierają niewielkie ilości dodatków obniżających pienienie, zbrzylanie, korozję, wzrost drobnoustrojów i podobnych.

Byłoby wskazane, aby składniki te były zatwierdzone do zamierzonego użycia przez U.S. Environmental Protection Agency.

Sposoby wytwarzania preparatów tego rodzaju są dobrze znane. Roztwory przygotowuje się przez zwykłe zmieszanie składników. Rozdrobnione preparaty stałe wytwarza się przez zmieszanie i zwykle zmielenie w młynie młotkowym lub w młynie fluidalnym. Zawiesiny wytwarza się przez mielecie na mokro (na przykład według opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3 060 084). Granulki i tabletki wytwarza się przez napylenie substancji czynnej na otrzymane wcześniej granulowane nośniki lub przy zastosowaniu technik aglomeracji.

Chociaż preparaty środka według wynalazku są w pełni użyteczne do stosowania jako środki chwastobójcze w temperaturze wyższej od 37°C, w rzeczywistości nie są one korzystne w tak wysokiej temperaturze, ponieważ problem tworzenia się dużych kryształów związku triazynodionu nie występuje mimo, że związek ma stężenie wyższe od granicy jego rozpuszczalności w temperaturach niższych od około 37°C. Innymi słowy środka według wynalazku nie trzeba stosować, jeżeli roztwór do spryskiwania ogrzeje się do temperatury wyższej niż wymieniona.

Szczególnym aspektem wynalazku jest istotne znaczenie sulfonianowego środka powierzchniowo-czynnego jako składnika kompozycji. Chociaż zbadano wiele środków powierzchniowo-czynnych o składzie zmieniającym się w szerokim zakresie, to stwierdzono, że jednym środkiem nadającym się do stosowania jako składnik środka według wynalazku, zapobiegającym wzrostowi dużych kryształów chwastobójczego triazynodionu, jest jeden z dość wąskiej grupy związków, w skład której wchodzi kwas izopropylonaftalenosulfonowy i jego sole z metalami alkalicznymi lub metalami ziem alkalicznych.

Kwas izopropylonaftalenosulfonowy i jego pochodne stosowane zwykle jako środki powierzchniowo-czynne zgodnie z wynalazkiem, są artykułami

handlowymi sprzedawanymi w postaci kompleksowych mieszanin o składzie nieco zmiennym w zależności od pochodzenia.

Typowy sulfonian tego rodzaju zawiera jedno-, dwu-, trój-podstawiony naftalen, jak również ewentualnie nawet nieco wielopodstawionego grupą izopropylową w różnych położeniach pierścienia naftalenu. Takie środki powierzchniowo-czynne, które zawierają średnio około 2,5 grup izopropylowych na cząsteczkę naftalenosulfonianu, są jak stwierdzono, szczególnie korzystne.

Mechanizm, według którego działa środek powierzchniowo-czynny nie jest z całą pewnością wiadomy, zwłaszcza z punktu widzenia zupełnie zaskakującego wpływu środka na krytyczne cechy zawierającej go kompozycji.

Jednak jest prawdopodobne, że jeżeli powstaną nowe powierzchniowo-czynne krystaliczne, to środek powierzchniowo-czynny przeszkadza kształtowaniu się jakichkolwiek większych powierzchni kryształów. Inne możliwe wyjaśnienie, to że sulfonianowy środek powierzchniowo-czynny działa wzajemnie na osnowę kryształu jako taką, czyli, że w miarę wzrostu kryształu, sulfonian zakłóca formowanie się jego osnowy albo przez dostosowanie się do osnowy i hamowanie jej wzrostu albo przez otaczanie kryształu i izolowanie go od możliwości dalszego wzrostu.

Na ogół środek według wynalazku stosuje się w dawce 2,2—13,2 kg/ha, w przeliczeniu na suchą substancję, w odpowiedniej do zdyspergowania ilości wody. W odniesieniu do rozcieńczania wodą ciekawe jest stwierdzenie, że środek według wynalazku nie jest nadmiernie wrażliwy na normalne zmiany wartości pH lub twardość wody. Tak więc, dowolne źródło wody nadającej się do celów rolniczych, może być stosowane do rozcieńczania środka według wynalazku w celu otrzymania preparatu do spryskiwania.

Następujące przykłady ilustrują zarówno problem występujący przy stosowaniu zwykłych preparatów triazynowych jak i roztworów triazyny w postaci środka według wynalazku.

Opisany niżej test został pomyślany jako metoda pomiaru skłonności do zatykania dyszy chwastobójczego środka do spryskiwania, przez pomiar ilości kryształów tworzących się w określonych warunkach, w których prowadzi się badanie.

Test przeprowadza się przez zmieszanie określonej ilości preparatu chwastobójczego z określoną ilością wody w różnych temperaturach, przy regulowanym mieszaniu zarówno co do czasu jak i szybkości ścinającej.

Po upływie okresu czasu przeznaczonego na mieszanie, kompozycję wodną wylewa się na sito 100 mesh (otwory 150 μ), wstrząsa się poziomo i co pewien czas opukuje się pozwalając w ten sposób cieczy i kryształom o rozmiarach mniejszych niż 150 μ przejść przez sito. Pozostałość na sicie splukuje się wodą destylowaną na wytarowane płytki, a następnie starannie suszy. Płytki zawierające pozostałość waży się. Różnica między ciężarem płytki z wysuszoną pozostałością i płytki uprzednio zważonej odpowiada ilości materiałów wykazujących skłonność do zatykania dyszy spryskiwacza.

Następujące przykłady ilustrują typowe preparaty środka według wynalazku i sposoby ich wytwarzania.

Preparat A-zwilżalny proszek

	% wagowy
1-Metylo-3-cykloheksylo-6-dwumetylo-amino-s-triazynodion-2,4/1H, 3H/	66
Dwuizopropylonaftalenosulfonian sodu	5
Hydroksypropylometyloceluloza	2
Granulowany cukier	2
Glinka atapulgitowa	25
	<hr/> 100

Składniki w stanie suchym dokładnie miesza się i miele w młynie młotkowym w celu otrzymania mieszaniny o średnich wymiarach ziarn poniżej 200 mikronów. Zwilżalny proszek następnie ponownie się miesza i pakuje.

Preparat B — Roztwór do spryskiwania

	% wagowy
1-Metylo--3-cykloheksylo-6-dwuchloroamino-s-triazynodion-2,4/1H, 3H/	26
Dwuizopropylonaftalenosulfonian sodu	2
Etanol	40
Woda	32
	<hr/> 100

Do etanolu dodaje się środek powierzchniowo czynny i triazynę, po czym rozpuszcza się je mieszając. Roztwór rozcieńcza się następnie wodą i przelewa przez sito 200 mesh (76 μ) według amerykańskiego standardu U.S.S w celu usunięcia ewentualnych obcych zanieczyszczeń.

Preparat C- Zwilżalny proszek

	% wagowy
Preparat A- Zwilżalny proszek	27
Kryształy 3-/3,4-dwuchlorofenyl/-1,1-dwumetylomocznika	54
Syntetyczna krzemionka w postaci drobnych cząstek	5
Glinka kaolinitowa	14
	<hr/> 100

Preparat D- Zawiesina o małej lepkości

(a) Preparat w postaci proszku

	% wagowy
1-Metylo-3-cykloheksylo-6-dwumetylo-amino-s-triazynodion-2,4/1H, 3H/	94
Uwodniony glinokrzemian sodu	3,8
Granulowany cukier	1,0
Hydroksypropylometyloceluloza	1,0
Dwuoktylosulfobursztynian sodu	0,2
	<hr/> 100,0

Składniki w stanie suchym dokładnie miesza się i miele w młynie młotkowym w celu otrzy-

mania mieszaniny o średnich wymiarach ziaren poniżej 200 mikronów (76 μ). Zwilżalny proszek następnie ponownie się miesza.

	% wagowy
(b) Preparat w postaci zawiesiny	
Zwilżalny proszek według pk (a)	96
Dwuizopropylonaftalenosulfonian sodu	4
	<hr/> 100

Do wody o temperaturze około 10°C w zbiorniku do koncentratu dodaje się sól sulfonianu, a następnie zwilżalny proszek, i całość miesza się w okresie czasu wystarczającym do otrzymania stężonego roztworu zawierającego 2,5—6,0% rozpuszczonych składników. Stężoną mieszaninę do spryskiwania można używać jako taką lub po dalszym rozcieńczeniu.

Preparat E- Roztwór do spryskiwania

	% wagowy
1-Metylo-3-cykloheksylo-6-dwumetylo-amino-s-triazynodion-2,4/1H, 3H/	26
Etanol	42
Woda	32
	<hr/> 100

Do etanolu dodaje się triazynę i rozpuszcza się ją podczas mieszania. Otrzymany roztwór rozcieńcza się następnie wodą i przelewa przez sito 200 mesh (76 μ) według amerykańskiego standardu U.S.S., w celu usunięcia ewentualnych obcych zanieczyszczeń.

Przykład I. Przeprowadzono serię testów skriningowych używając wielu materiałów, które mogły być brane pod uwagę, jako składniki środka zawierającego omawiany związek triazyny, zmieniające charakterystyki krystalizacji preparatów środka przeznaczonych do spryskiwania.

W testach tych 1 g każdego materiału, który był kandydatem na ewentualny dodatek zmieniający charakterystykę krystalizacji środka, dodawano do 100 g preparatu E, czyli roztworu środka chwastobójczego i mieszano całość w celu całkowitego rozpuszczenia.

Roztwór środka chwastobójczego i badanego kandydata wlewano następnie do 300 ml wody wodociągowej o temperaturze 5°C, zaszczipionej trójwodzianem 1-metylo-3-cykloheksylo-6-dwumetylo-amino-s-triazynodionu-2,4/1H, 3H/, w celu stworzenia warunków do krystalizacji, po czym całość mieszano w ciągu 15 minut przy szybkości obrotów mieszadła 300 na minutę, utrzymując przy tym temperaturę roztworu na poziomie 5°C. Otrzymany roztwór badany przelewano następnie przez sito 100 mesh (150 μ) według standardu amerykańskiego U.S.S. Ilość materiału pozostałego na sicie, a więc posiadającego większe rozmiary niż 100 mesh (150 mikronów), oznaczano w podany poprzednio sposób.

Zbadano następujące materiały.

Granulowany cukier

Mocznik

Gliceryna	Sunspray 7E Oil, Sun Co. Marcus Hook, PA
Olej aromatyczny o małej lepkości	Lignosol BD, Lignosol Chemicals, Quebec, Canada
Lignosulfonian wapnia	Gelvatol 20/30, Monsanto Co, St. Louis, MO
Polialkohol winylowy	Span 20, Imperial Chemical Industries — US, Wilmington, DE
Jednolaurynian sorbitanu	Span 65, Imperial Chemical Industries — US, Wilmington, DE
Trójstearynian sorbitanu	Pluronic F-68, Wyandotte Chemicals Co., Wyandotte, MI
Polimar addycyjny tlenku etylenu z glikolem propylenowym	Brij 30, Imperial Chemical Industries — US, Wilmington, DE
Eter laurylowy polioksyetylenu	Surfactant WK, E. I. du Pont de Nemours and Co Wilmington, DE
Eter dodecyłowy polioksyetylenu	Tween 40, Imperial Chemical Industries — US, Wilmington, DE
Jednopalmitynian polioksyetylenosorbitanu	Myrj 52, Imperial Chemical Industries — US, Wilmington, DE
Stearynian polioksyetylenu	Gafac 510, GAF Corporation, New York, NY
Organiczny ester kwasu fosforowego	Petro Ag Special, Petrochemicals Co. Fort Worth, TX
Alkilonaftalenosulfonian sodu	Petro AA, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
Alkilonaftalenosulfonian sodu	Morwet M, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
Jedno- i dwumetylonaftalenosulfonian sodu	Morwet B, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
Butylonaftalenosulfonian sodu	Alkanol XC, E. I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, DE
Mieszany dwuizopropylonaftalenosulfonian sodu	Morwet IP, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
Mieszany dwuizopropylonaftalenosulfonian sodu	Nekal BA77, GAF Corp., New York, NY

Dwuizopropylonaftalenosulfonian sodu	Nekal BA78, GAF Corp., New York, NY
Mieszany alkilonaftalenosulfonian sodu	Sellogen HR-90, Diamond Shamrock Chemical Co., Morristown, NJ
Mieszany alkilonaftalenosulfonian sodu	Sellogen W, Diamond Shamrock Chemical Co., Morristown, NJ

Wszystkie zestawione wyżej materiały użyte do badań, z wyjątkiem ostatnich sześciu, okazały się niedostatecznie skuteczne lub zupełnie nieskuteczne, gdyż w przeprowadzonym teście wykazały pozostałość na sicie rzędu 47% wagowych lub wyższą.

Z drugiej strony, ostatnie sześć wymienionych materiałów, z których każdy zawierał grupy nadtalenowe, podstawione izopropylem, było jak stwierdzono co najmniej umiarkowanie skuteczne, gdyż wykazywały one pozostałość na sicie niższą niż 40%. Stosując te materiały w ilości 2 g, zamiast użytego w poprzednim teście 1 g, zaobserwowano znaczny spadek ilościowy pozostałości na sicie. Przykładowo, preparat zawierający 2 g mieszane go dwuizopropylonaftalenosulfonianu jako środka powierzchniowo-czynnego, czyli Alkanolu (R) XC (nazwa handlowa E. I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, DE), dawał pozostałość w ilości 0,12% wagowych.

Szczególnie interesującym jest fakt, że stwierdzono, iż nie tylko alkilonaftalenosulfoniany są jedynymi materiałami posiadającymi istotne zalety operacyjne, ale że skuteczne były tylko pochodne podstawione izopropylem. Zarówno niższe jak i wyższe homologi alkilowe były nieskuteczne.

Przykład II. W serii testów badano wpływ zmiany temperatury wody na preparaty do spryskiwania zawierające różne ilości środka powierzchniowo-czynnego. W testach tych 13 g preparatu D (a) w postaci zwilżalnego proszku domieszano do 100 ml wody o określonej temperaturze, zgodnie z opisanym powyżej tokiem postępowania. Uzyskano następujące wyniki zestawione w tablicy I.

Tablica I

Numer testu	Nazwa środka powierzchniowo-czynnego	Ilość (% wagowy) *)	Temperatura wody (°C)	Pozostałość na sicie (% wagowy)
1	—	nie ma	5	75
2	—	nie ma	10	68
3	—	nie ma	15	85
4	Alkanol XC	2	5	2,0
5	Alkanol XC	4	5	1,8
6	Alkanol XC	4	10	1,5
7	Alkanol XC	8	10	1,0
8	Nekal BA77	8	5	1,2
9	Nekal BA77	8	15	1,0

*) W przeliczeniu na suchy związek triazynowy

Dane przytoczone w tablicy I wykazują tylko nieznaczny wpływ temperatury na ilość kryształów pozostających na sicie w zakresie temperatur 5—15 °C. Jednakże dodanie tak małej ilości środka powierzchniowo-czynnego, jak 2% wagowych obniża ilość krystalicznej pozostałości do tak niskiego poziomu jak 2,7% ilości pozostającej w wodnym roztworze do spryskiwania nie zawierającym środka powierzchniowo-czynnego.

Dane te dowodzą również skromnych korzyści wynikających z dodawania nawet większych ilości środka powierzchniowo-czynnego, jeżeli progowe stężenie dodanego środka już jest w roztworze.

Przykład III. W serii testów badano wpływ temperatury wody, rozcieńczenia i stężenia środka powierzchniowo-czynnego. W testach tych 100 ml preparatu E w postaci roztworu do spryskiwania mieszano z podaną ilością stałego środka powierzchniowo-czynnego i otrzymaną mieszaninę rozcieńczano podaną ilością wody o określonej temperaturze, zgodnie z opisanym powyżej tokiem postępowania. Uzyskano następujące wyniki zestawione w tablicy II.

Tablica II

Środek powierzchniowo-czynny			Woda		
numer testu	nazwa środka powierzchniowo-czynnego	ilość (% wagowy)*	ilość (ml)	temperatura (°C)	pozostałość na sicie (% wagowy)
10	—	nie ma	100	5	83
11	—	nie ma	500	5	51
12	—	nie ma	100	10	58
13	—	nie ma	500	10	42
14	—	nie ma	400	5	60
15	Alkanol XC	2	300	5	54
16	Alkanol XC	6	300	5	31
17	Alkanol XC	10	300	5	0,3
18	Nekal BA78	2	500	15	0,4
19	Nekal BA77	2	500	15	0,5
20	Sello-gen W	8	500	15	0,5

*) W przeliczeniu na suchy związek triazynowy.

Dane przytoczone w tablicy II wykazują zgodnie z oczekiwaniem, że większe rozcieńczenie zmniejsza problem krystalizacji. Jednak decydującą poprawę można znacznie łatwiej uzyskać dodając podstawiony izopropylem naftalenosulfonian metalu alkalicznego.

Przykład IV. W serii testów wykazano, że dodanie dwuizopropylonaftalenosulfonianu w celu zapobieżenia tworzeniu się dużych kryształów, jest skuteczne w zupełnie twardej wodzie, o twardości 840 pm, w testach tych 13 g preparatu D(a)

w postaci zwilżalnego proszku domieszano do 100 ml wody o podanej temperaturze, zgodnie z opisanym powyżej tokiem postępowania.

Wyniki podane są w tablicy III.

Tablica III

Numer testu	Środek powierzchniowo-czynny		temperatura wody (°C)	pozostałość na sicie (% wagowy)*
	nazwa środka	ilość (% wagowy)*		
21	—	nie ma	5	86
22	—	nie ma	10	83
23	—	nie ma	15	84
24	—	nie ma	25	1,2
25	Alkanol XC	4	5	1,4
26	Alkanol XC	4	10	1,4
27	Alkanol XC	4	15	0,9
28	Alkanol XC	4	25	1,2

*) W przeliczeniu na suchy związek triazynowy.

Przytoczone dane wykazują niemal graficznie, że twardość wody nie zaburza zdolności środka powierzchniowo-czynnego do zmiany zachowania się roztworu w zakresie krystalizacji, o ile zawarty w roztworze układ jest korzystny. Szczególnie ciekawy jest fakt, że w celu uzyskania podobnego stopnia hamowania krystalizacji, należy utrzymać preparat na polu w temperaturze 25 °C lub wyższej.

Przykład V. W serii testów wykazano, że typowe zmiany wartości pH, których można się spodziewać pobierając wodę do przygotowania preparatu do spryskiwania z różnych źródeł, również nie wpływają w istotnym stopniu zakłócająco na zdolność środka powierzchniowo-czynnego do zmiany charakterystyki krystalizacji korzystnego układu. W testach tych 13 g preparatu D w postaci zwilżalnego proszku i 4% wagowych Alkanolu^R XC mieszano z 300 ml wody o podanej wartości pH. Wyniki zestawione są w tablicy IV.

Tablica IV

Numer testu	Temperatura wody (°C)	Wartość pH	Pozostałość (% wagowy)
29	5	5,1	0,5
30	10	5,1	0,5
31	15	5,1	0,4
32	25	5,1	0,6
33	5	9,0	1,2
34	10	9,0	1,1
35	15	9,0	1,2
36	25	9,0	1,3

Zastrzeżenia patentowe

1. Dyspergowalny w wodzie triazynowy środek chwastobójczy, posiadający korzystniejszą charakterystykę krystalizacji w stanie zdyspergowania w wodzie o temperaturze niższej od około 37°C, w stężeniach wyższych od granicznych rozpuszczalności triazyny, zawierający jako substancję czynną 1-⁵ 10
-metylo-3-cykloheksylo-6-dwumetyloamino-s-triazynodion-2,4/1H,3H/, **znamienny tym**, że zawiera co najmniej około 2% wagowych, w przeliczeniu na suchą triazynę, środka powierzchniowo-czynnego, takiego jak kwas izopropylonaftalenosulfonowy i jego sole z metalami alkalicznymi lub metalami ziem alkalicznych.

2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stanowi mieszaninę drobnych cząstek triazynowego środka chwastobójczego i środka powierzchniowo-czynnego.

3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stanowi drobne cząstki triazynowego środka chwastobójczego z włączonym w ich skład środkiem powierzchniowo-czynnym.

4. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**,

że stanowi drobne cząstki triazynowego środka chwastobójczego posiadającego środek powierzchniowo-czynny jako powłokę na ich powierzchni.

5. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stanowi dyspersję triazynowego środka chwastobójczego w wodnym roztworze środka powierzchniowo-czynnego.

6. Środek według zastrz. 5, **znamienny tym**, że stanowi triazynowy środek chwastobójczy rozpuszczony w wodnym roztworze środka powierzchniowo-czynnego.

7. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera co najmniej około 5% wagowych, w przeliczeniu na suchą triazynę, środka powierzchniowo-czynnego.

8. Środek według zastrz. 1 albo 7, **znamienny tym**, że zawiera środek powierzchniowo-czynny, w którym średnio około 2,5 grup izopropylowych przypada na cząsteczkę naftalenosulfonianu.

9. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stanowi dyspersję w wodzie o temperaturze niższej od około 37°C, o stężeniu zawartym między ¹⁵ ²⁰ ²⁵ granicą rozpuszczalności a około 12% wagowymi triazyny.