



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OČEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

228542
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 25 03 82
(21) [PV 2107-82]
(32) (31) (33) Právo přednosti od 26 03 81
(247 680) Spojené státy americké
(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 15 08 86

(51) Int. Cl.³
A 01 N 25/10
A 01 N 37/22

(72) Autor vynálezu LECLAIR FRANCIS JOSEPH, WEBSTER GROVES, SURGANT JOHN
MELVIN, CLAYTON (Sp. st. a.)
(73) Majitel patentu MONSANTO COMPANY a CORPORATION OF THE STATE OF
DELAWARE, ST. LOUIS (Sp. st. a.)

(54) Vodný tekutý herbicidní prostředek

1

Vynález se týká tekutých herbicidních prostředků. Zvláště se vynález týká vodného tekutého herbicidního prostředku, který jako účinnou látku obsahuje 2-chlor-N-isopropylacetanilid [označovaný běžně jako propachlor].

Obchodní prostředky tekutého 2-chlor-N-isopropylacetanilidu [propachloru] jsou v oboru známy; například tekutý prostředek obsahující 479 g propachloru na litr je obchodně dostupný pod označením „Bexton 4L“ společnosti Dow Chemical Co., P. O. Box 1706, Midland, Michigan 48640.

Tekutý herbicidní prostředek se může definovat jakožto fyzikální směs, která obsahuje jemně rozptýlenou pevnou kapalnou látku suspendovanou v kapalném disperzním prostředí. Tekutý herbicidní prostředek má výhody ve srovnání například se smáčitelným práškem v tom, že se herbicidní prostředky ve formě smáčitelného prášku musí převádět na suspenze před použitím v zemědělské praxi při přípravě tankových směsí pro nanášení na půdu. Příprava suspenzí smáčitelných prášků některých herbicidů, jako například propachloru, představuje určitě nebezpečí a nepříjemnosti v důsledku vývinu škodlivých prachů, které dráždí pokožku a škodí dýchacímu ústrojí. Kromě toho propachlorové prostředky, připravené ze

2

smáčitelných prášků jako tankové směsi, nejsou dokonale dispergované a mohou také vznikat problémy při přípravě suspenzí, při redispergování a se zřetelem na jejich slučitelnost s kapalnými hnojivy.

Emulgovatelný koncentrát, což je přípravek účinné látky rozpuštěné v organickém rozpouštědle v přítomnosti emulgátoru, nemá nevýhody smáčitelných prášků, to znamená, že nevznikají nebezpečné prášky a odpadají problémy při přípravě suspenzí a při redispergování.

Avšak tekuté vodné herbicidní prostředky jsou výhodnější než emulgovatelné koncentráty, jelikož emulgovatelné koncentráty obsahují organická rozpouštědla, která mohou být hořlavá a/nebo toxická a jejichž cena je vázána na cenu ropy, která stále stoupá.

Kromě toho se většina pevných herbicidů s vyšší teplotou tání a zvláště herbicidů s omezenou rozpustností ve vodě nebo v organických rozpouštědlech obzvláště obtížně zpracovává na jinou formu než na formu smáčitelného prášku. Na rozdíl od emulgovatelných koncentrátů, které jsou založeny na snadné rozpustnosti technické účinné látky ve vhodném organickém rozpouštědle, jako jsou například xylen nebo chlorbenzen, mají určité herbicidy, včetně propachloru, nízkou nebo mírnou rozpustnost v jakémko-

liv rozpouštědla, organickém nebo vodném, a proto se nezpracovávají snadno na formu emulgovatelného koncentráту.

Proto je vynález zaměřen na způsob přípravy vodných, tekutých propachlorových herbicidních prostředků, které se mohou připravovat, dopravovat, skladovat a používat jakožto jednosložkové herbicidní prostředky prosté nedostatků, které mají smáčitelné prášky a emulgovatelné koncentráty.

Podstatou vynálezu je vodný tekutý herbicidní prostředek na bázi 2-chlor-N-isopropylacetanilidu, který obsahuje hmotnostně 38,0 až 45,0 % 2-chlor-N-isopropylacetanilidového herbicidu, 2,0 až 6,0 % hydratovaného amorfního oxidu křemičitého, 2,0 až 6,0 procent polyoxypropylen/polyoxyethylenového blokovaného kopolymery o celkové molekulové hmotnosti 6000 až 7000, 0,5 až 2,0 % taurátového povrchově aktivního činidla, 0,5 až 2,0 % hydratovaného křemičitanu hlinitého, 0,5 až 1,0 % flokulačního činidla, 5,0 až 10,0 % protimrznoucí přísady, 0,05 až 0,2 procent silikonového odpěňovače a na doplnění vodu. Velikost částic pevných podílů prostředku je nejvýše 25 mikrometrů.

Dále je přehledně uvedeno hmotnostní složení herbicidního prostředku podle vynálezu.

Složka	% hmotnostní
a) 2-chlor-N-isopropylacetanilid (propachlor)	38,0 až 45,0
b) hydratovaný amorfní oxid křemičitý	2,0 až 6,0
c) blokovaný kopolymer polyoxypropylenpolyoxyethylenový	2,0 až 6,0
d) taurátové povrchově aktivní činidlo	0,5 až 2,0
e) hydratovaný křemičitan hlinitý	0,5 až 2,0
f) flokulační činidlo	0,5 až 1,0
g) inertní rozpouštědlo s nízkou teplotou mrznutí	5,0 až 10,0
h) silikonový odpěňovač	0,05 až 2,0
i) voda	k doplnění

příčemž pevné složky herbicidního prostředku mají velikost částic nejvýše 25 mikrometrů.

Tekutý, vodný herbicidní prostředek podle vynálezu obsahuje jakožto účinnou látku propachlor s výhodou v množství hmotnostně 40,0 až 44,0 %, vztaženo na hmotnost prostředku jako celku a především v množství 42 %, vztaženo na hmotnost prostředku jako

celku. Obecně prostředek obsahuje 455,4 až 515,3 g účinné látky na litr prostředku.

Účinná látka, to znamená propachlor, se ve vodném, tekutém herbicidním prostředku podle vynálezu udržuje v disperzní suspenzním systému majícím jedinečnou a rozhodující kombinaci 1) hydratovaného amorfního oxidu křemičitého, 2) vodného a/nebo alkoholického roztoku polyoxypropylenpolyoxyethylenového blokovaného kopolymery, 3) taurátového povrchově aktivního činidla a 4) hydratovaného křemičitanu hlinitého. Má rozhodující význam použít tyto složky v určitých, předepsaných poměrech jak se zřetelem na vzájemný poměr těchto složek, tak ke koncentraci propachloru jakožto herbicidně účinné látky, má-li se získat prostředek se žádoucí stálostí při skladování a se žádoucí dispergovatelností ve vodě.

Zde používaným výrazem „hydratovaný amorfní oxid křemičitý“ se vždy míní jemně rozptýlený oxid křemičitý, který se vyskytuje přírodně jakožto křemelina nebo který se připravuje jakožto syntetizovaný oxid křemičitý. Syntetizovaným oxidem křemičitým je oxid křemičitý, který se vyrábí chemickou reakcí na rozdíl od přírodně se vyskytujícího oxidu křemičitého, například křemeliny. Jakožto výhodné syntetizované oxidy křemičité se zde uvádějí například oxidy křemičité prodávané pod obchodním názvem „Hi-Sil 233“ (výrobek společnosti PPG Industries, Inc., Pittsburgh, Pa 15222) a „Zeofree 80“ (výrobek společnosti J. M. Huber Corp., Edison, N. J. 08817). Vhodně se používá hmotnostně 2,0 až 6,0 %, vztaženo na hmotnost prostředku jako celku, s výhodou hmotnostně 4 % oxidu křemičitého ve formě prostého nebo hydratovaného silikagelu nebo jiného amorfního oxidu křemičitého.

Výrazem „polyoxypropylenpolyoxyethylenový blokovaný kopolymer“ se zde vždy míní produkt, který se může připravovat reakcí propylenglykolu nejdříve s propylenoxidem a pak s ethylenoxidem. Je výhodné používat produktu majícího polyoxypropylenovanou propylenglykolovou kostru o molekulové hmotnosti 3000 až 3500 a obsahujícího 50 % ethylenoxidových jednotek, takže celková molekulová hmotnost je 6000 až 7000. Jakožto příklady takových blokovaných kopolymerů se uvádějí produkty „Pluraflo E4“, „Pluraflo E5“ a „Pluronic P105“, což jsou neiontová povrchově aktivní činidla na bázi polyoxypropylenpolyoxyethylenových blokovaných kopolymerů společnosti BASF Wyandotte Corp., Industrial Chemicals Group, Wyandotte, Mich, 48192. Blokovaný kopolymer je obsažen v prostředku podle vynálezu v hmotnostním množství 2,0 až 6,0 %, s výhodou v hmotnostním množství 2,75 až 3,0 %, vztaženo na hmotnost prostředku jako celku.

Zde používaným výrazem „taurátové povrchově aktivní činidlo“ se míní aniontová povrchově aktivní činidla, jako jsou N-cyklohexyl-N-palmitoyltaurát sodný, N-methyl-N-

-oleoyltaurát sodný, které jsou na trhu pod obchodním označením Igepon CN-42, Igepon T-33, T-43, T-51, T-73, T-77 a T-74 společnosti GAF Corp., Chemical Products 140 W, 51 St., New York, N. Y. 10020. N-Methyl-N-oleoyltaurát sodný je též dostupný pod obchodním označením „Adinol“ společnosti Croda Chemicals, Ltd., Velká Británie. Pro prostředek podle vynálezu se s výhodou používá N-methyl-N-oleoyltaurátu. Aniontové povrchově aktivní činidlo je v herbicidním prostředku podle vynálezu obsaženo v hmotnostním množství 0,5 až 2,0 %, s výhodou v hmotnostním množství 1,0 %, vztaženo na hmotnost herbicidního prostředku jako celku.

Zde používaným výrazem „hydratovaný křemičitan hlinitý“ se vždy míní materiály, jako je jíla („barden clay“) nebo kaolin, což jsou materiály s malým povrchem, mající elektrostatický povrchový náboj a jsou proto schopny podporovat stabilitu disperze. Tyto materiály jsou obchodně dostupné z četných zdrojů a jsou zpravidla pracujícím v oboru dostatečně známy. Hydratovaný křemičitan hlinitý je v prostředku obsažen ve hmotnostním množství 0,5 až 2,0 %, s výhodou v hmotnostním množství 1,0 %, vztaženo na hmotnost herbicidního prostředku jako celku.

Zde používaným výrazem „flokulační činidlo“ se vždy míní vhodná sůl, to znamená sůl, která obsahuje několikamocný kation a která je rozpustná v množství vody, obsažené v herbicidním prostředku. Flokulační činidlo způsobuje, že pevné látky v herbicidním prostředku vytvářejí malé, volně agregované kousky nebo částice, suspendované v kapalině herbicidního prostředku. Jakožto vhodné soli se uvádějí chlorid vápenatý, chlorid hořečnatý, bromid vápenatý, octan hořečnatý, bromid hořečnatý, bromid manganatý a podobné soli, s výhodou se však používá chloridu vápenatého. Flokulační činidlo je obsaženo v herbicidním prostředku podle vynálezu ve hmotnostním množství 0,5 až 1,0 %, s výhodou v hmotnostním množství 0,75 %, vztaženo na hmotnost herbicidního prostředku jako celku.

Jakožto vhodné příklady prostředků ke snížení teploty zamrznutí prostředků podle vynálezu se uvádějí nižší alkylenglykoly, jako je například ethylenglykol nebo propylenglykol. Hmotnostní množství těchto složek je 5,0 až 10,0 %, vztaženo na hmotnost herbicidního prostředku jako celku a je vždy přiměřené žádoucí ochraně prostředku proti zamrznutí. S výhodou se v herbicidním prostředku podle vynálezu používá přibližně 8,0 procent hmotnostních takové přísady.

Zde používaným výrazem „silikonový odpěňovač“ se míní silikonové protipěnicí přísady. Jako příklady se uvádějí obchodně dostupné produkty pod názvem „Antifoam F1“ společnosti Hodag Chemical Corp., 7247 Cen-

tral Park Avenue, Skokie, Illinois 60076; Mazu DF 1005“, společnosti Mazer Chemicals, Inc., 3938 Porett Dr., Gurnee, Illinois 60031; „Corak 100“, společnosti Coral Chemical Co., a „Sag 47“ společnosti Union Carbide Corp., 270 Park Avenue, New York, New York 10017. Silikonového odpěňovače se v prostředku podle vynálezu používá v hmotnostním množství 0,05 až 0,20 %, s výhodou 0,1 procent, vztaženo na hmotnost herbicidního prostředku podle vynálezu jako celku.

Nový, vodný, tekutý, propachlorový herbicidní prostředek podle vynálezu se připravuje následujícím způsobem: Obecně způsob zahrnuje míšení příslušných složek ve vhodných množstvích za předběžného drcení, čímž se složky promísí a dosáhne se vhodného rozdělení velikosti částic pevných látek a usnadňuje se konečné mokré tření.

Jakkoliv sled přidávání jednotlivých složek nemá rozhodujícího významu, zjistilo se, že dále uvedený sled přidávání jednotlivých složek vodných propachlorových prostředků usnadňuje homogenitu prostředku a také proces mletí. Do mísicí nádoby se dávkuje následující složky v uvedeném pořadí: voda, flokulační činidlo, blokový kopolymer, činidlo proti zmrznutí, taurátové povrchově aktivní činidlo, silikonový odpěňovač, amorfni oxid křemičitý, hlinka a nakonec propachlor.

Výhodné rozdělení velikosti částic pevných látek při předběžné operaci drcení je následující: 95 % menších než 100 mikrometrů; 75 % menších než 80 mikrometrů; 50 % menších než 60 mikrometrů a 25 % menších než 30 mikrometrů.

Konečné tření se může provádět ve vertikálních nebo v horizontálních mlýnech za použití mlecích koulí z nerezavějící oceli nebo z keramických nebo z jiných materiálů, které jsou inertní k reakčním složkám. Rozhodujícími faktory při konečné operaci mokrého tření je udržování teploty pod přibližně 20 °C a provádění mletí nebo tření tak dlouho, až se dosáhne tohoto rozdělení velikosti částic: 95 % menších než 20 mikrometrů; 75 % menších než 15 mikrometrů; 50 % menších než 10,0 mikrometrů a 25 % menších než 5,0 mikrometrů. Výhodný tekutý herbicidní prostředek podle vynálezu má toto rozdělení velikosti částic: 95 % menších než 2,0 mikrometrů; 75 % menších než 10,0 mikrometrů, 50 % menších než 5,0 mikrometrů a 25 % menších než 2,5 mikrometru.

Příklad 1

Tento příklad popisuje výhodné provedení

vynálezu se zřetelem na přípravu vodného, tekutého herbicidního prostředku obsahujícího propachlor jakožto účinnou látku.

Do mixéru pro předběžné tření se vnesou tyto složky ve vždy uvedeném množství:

Složka	% hmotnostní	g/l
^a propachlor (95 %)	45,26	515,31
Hi-Sil 233	4,0	45,54
Jíl (barden clay) (kaolin)	1,00	11,38
Pluronic 105	2,81	32,00
Igepon T77	1,00	11,38
Chlorid vápenatý	1,00	11,38
Ethylenglykol	8,01	91,20
Silikonový odpěňovač (Corak 100)	0,05	0,60
voda	36,87	419,68
	100,00	1138,47

^a 515,30 g/l, 94% propachloru odpovídá 484,15 g/l 100% propachloru

Shora uvedená směs se tře v dávkách 3,8 litru po dobu 10 minut za udržování teploty nižší než přibližně 25 °C, s výhodou přibližně 20 °C až do snížení velikosti částic pevných látek následujícím způsobem: 95 % menších než 48 mikrometrů; 75 % menších než 35,5 mikrometrů; 50 % menších než 23 mikrometrů a 25 % menších než 13 mikrometrů. Ze směsi se odebírají zkušební vzorky. Jakékoliv úpravy se provádějí na základě analýzy vzorků.

Předetřená směs se pak čerpá do vyrovnávací nádrže a zavádí se do horizontálního mlýna například do mlýna Dyno-Mill s objemovým prosazením 4 až 8 l/h za udržování teploty přibližně 18 až 20 °C. Rozdělení velikosti částic pevných podílů po tomto mletí je následující: 95 % menších než 20,0 mikrometrů; 75 % menších než 10,0 mikrometrů; 50 % menších než 5,0 mikrometrů a 25 % menších než 2,5 mikrometru.

Podobné tekuté herbicidní prostředky jako shora uvedeno, mající různé množství účinné látky, se také mohou připravit ve vertikálním mlýně, zvaném attritor. V mnoha případech je rozhodujícím faktorem udržování chladicí teploty na přibližně 20 °C nebo pod touto hodnotou, udržovat správné složení a udržovat velikost částic pod přibližně 48 až 50 mikrometrů při předběžném drcení a pod 25 mikrometrů, s výhodou pod 20 mikrometrů a především pod 5 mikrometrů při koneč-

ném tření za shora uvedeného rozdělení velikosti částic.

Vodných, propachlorových tekutých prostředků podle vynálezu se může použít jakožto herbicidů před vzejitím pro selektivní ničení plevelných rostlin v kulturních rostlinách, především v kukuřici, čiroku a sóje. Prostředky se mohou dávkovat v množství 4,48 až 6,72 kg/ha. Přesná používaná dávka závisí na pěstované rostlině, na typu půdy, na klimatických podmínkách a na druhu plevele, který se má ničit. Ošetřením tekutým vodním herbicidním prostředkem podle vynálezu ničí trávy a některé druhy širokolistého plevele. Pracovník v oboru snadno zvolí přesnou používanou dávku na základě znalostí z literatury týkající se tohoto oboru.

Následující příklad použití tekutého herbicidního prostředku podle vynálezu dále objasňuje.

Příklad 2

Kukuřice, čirok, psárka a ježatka kuří noha se vysejí vždy třikrát do hrnků o průměru 10 cm, a provede se ošetření ramenovou stříkačkou podle dále uvedené tabulky. Vždy se provede závlaha shora 0,635 cm, načež se bezprostředně provede ošetření herbicidním prostředkem. Vizuálně se stanovuje procentové poškození přibližně 12 dní po ošetření a výsledky se zaznamenávají. Výsledky pozorování jsou uvedeny v tabulce I.

Tabulka I

Ošetření	kg/ha	Kukuřice	Čirok	% poškození Ježatka kuří noha	Psárka
Sloučenina	0,03	0	0	0	43,3
podle	0,07	0	0	10,0	51,7
příkladu 1	0,14	0	0	23,3	75,0
	0,28	0	0	55,0	83,3
	0,56	0	0	76,7	82,7
	1,12	0	1,7	91,7	98,3
	2,24	0	5,0	99,3	100,0
	4,48	3,3	1,7	100,0	100,0
+65 WP	0,03	0	0	1,7	5,0
	0,07	0	0	3,3	18,3
	0,14	0	0	5,0	30,0
	0,28	0	0	53,3	68,3
	0,56	0	0	78,3	91,7
	1,12	0	5,0	93,3	96,0
	2,24	0	0	93,3	98,7
	4,48	0	0	97,0	100,0

*Ramrod 65 — 2-chlor-N-isopropylacetanilidový (propachlorový) herbicidní prostředek ve formě smáčitelného prášku společnosti Monsanto Company, St. Louis, Missouri 63166.

Z tabulky I je zřejmé, že vodný, tekutý, propachlorový herbicidní prostředek podle vynálezu je účinný při ničení plevelů, jako je ježatka kuří noha a psárka srovnatelným způsobem jako obchodně dostupný propachlorový herbicid ve formě smáčitelného prášku.

Jak shora uvedeno, je hlavní předností vodného, tekutého propachlorového herbicidního prostředku podle vynálezu možnost eliminace použití organických rozpouštědel, škodlivých dýmů a prachů, zlepšená suspendovatelnost a redispergovatelnost za udržení neškodnosti pro pěstované rostliny a účinnosti srovnatelné s analogickým herbicidním prostředkem známým ze stavu techniky.

Kromě toho se tekuté herbicidy snadno používají a využívají ekonomiky jednosložkových prostředků: to znamená, že není nutno kupovat, transportovat, skladovat, odměřovat a mísit složky ze dvou nebo z několika nádob.

Jakkoliv byl vynález popsán na příkladu specifického provedení, není toto provedení omezením vynálezu a týká se všech možných obměn, spadajících svým rozsahem pod definici předmětu vynálezu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Vodný tekutý herbicidní prostředek na bázi 2-chlor-N-isopropylacetanilidu vyznačený tím, že obsahuje hmotnostně 38,0 až 45,0 procent 2-chlor-N-isopropylacetanilidového herbicidu, 2,0 až 6,0 % hydratovaného amorfního oxidu křemičitého, 2,0 až 6,0 % polyoxypropylen/polyoxyethylenového blokového kopolymeru o celkové molekulové hmotnosti 6000 až 7000, 0,5 až 2,0 % taurátového povrchově aktivního činidla, 0,5 až 2,0 % hydratovaného křemičitanu hlinitého, 0,5 až 1,0 % flokulačního činidla, 5,0 až 10,0 % protimrzoucí přísady, 0,05 až 0,2 % silikonového odpěňovače a vodu k doplnění, přičemž velikost částic pevných podílů prostředku je nejvýše 25 mikrometrů.

2. Vodný tekutý herbicidní prostředek podle bodu 1 vyznačený tím, že obsahuje hmotnostně 40,0 až 44,0 % 2-chlor-N-isopropylacetanilidového herbicidu, 3,0 až 5,0 % hydratovaného amorfního oxidu křemičitého, 2,75 až 3,0 % polyoxypropylen/polyoxyethylenového blokového kopolymeru o celkové

molekulové hmotnosti 6000 až 7000, 0,75 až 1,5 % taurátového povrchově aktivního činidla, 0,75 až 1,5 % hydratovaného křemičitanu hlinitého, 0,5 až 1,0 % flokulačního činidla, 6,0 až 8,0 % protimrzoucí přísady, 0,075 až 0,15 % silikonového odpěňovače a vodu k doplnění, přičemž velikost částic pevných podílů prostředku je nejvýše 25 mikrometrů.

3. Vodný tekutý herbicidní prostředek podle bodu 1 vyznačený tím, že jako taurátové povrchově aktivní činidlo obsahuje N-methyl-N-oleoyltaurát.

4. Vodný tekutý herbicidní prostředek podle bodu 1 vyznačený tím, že jako hydratovaný křemičitan hlinitý obsahuje hlinku nebo kaolin.

5. Vodný tekutý herbicidní prostředek podle bodu 1 vyznačený tím, že jako flokulační činidlo obsahuje chlorid vápenatý.

6. Vodný tekutý herbicidní prostředek podle bodu 1 vyznačený tím, že jako protimrzoucí přísadu obsahuje ethylenglykol.