

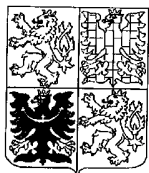
PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(21) Číslo dokumentu:

2000 - 3758

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **30.03.1999**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **10.04.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/058641**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **11.04.2001**
(Věstník č. 4/2001)

(86) PCT číslo: **PCT/EP99/02188**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/52368**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

A 01 N 59/14

A 01 N 33/12

C 07 D 295/037

C 01 B 35/12

(71) Přihlašovatel:

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, Ludwigshafen, DE;
BASF CORPORATION, Mount Olive, NJ, US;

(72) Původce:

Kober Reiner, Fussgönheim, DE;
Hobbs David, Raleigh, NC, US;
Gibson Scott W., Raleigh, NC, US;
Fersch Kenneth Eugene, Apex, NC, US;
Rademacher Wilhelm, Limburgerhof, DE;
Botzem Jörg, Limburgerhof, DE;
Frede Markus, Eppelheim, DE;
Dernbach Matthias, Eppelheim, DE;
Göttsche Reimer, Baden-Baden, DE;
Dötzer Reinhard, Weinheim, DE;

(74) Zástupce:

Kalenský Petr JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Prostředky k regulaci růstu rostlin

(57) Anotace:

Zemědělsky účinný prostředek, který obsahuje sloučeniny obecného vzorce I, kde symboly DMP, M, B, O, A, m a n mají specifický význam. Způsob regulace růstu rostlin, který spočívá v nanášení prostředku obsahujícího sloučeninu vzorce I na rostliny. Prostředky k regulaci růstu rostlin obsahující sloučeninu vzorce I se snadno připravují z technického mepiguáthchloridu způsobem založeným na elektrochemické výměně iontu nebo kvarternizací za použití N-methylpiperidinu a dimethylkarbonátu jako výchozích látek.

$[DMP]^{n+}_n [M_xB_yO_z(A)_v]^{m-} \cdot v H_2O$

(I)

CZ 2000 - 3758 A3

Prostředky k regulaci růstu rostlin,

Oblast techniky

Vynález se týká nových prostředků k regulaci růstu rostlin a jejich použití. Především se vynález týká prostředků, které obsahují mepiquátborátové sloučeniny a způsobu regulace růstu rostlin, zvláště regulace růstu bavlníku.

Dosavadní stav techniky

Regulátory růstu rostlin (PGR) ovlivňují růst a diferenciaci rostlin. Především různé PGR mohou například snižovat výšku rostliny, stimulovat klíčení semen, navozovat kvetení, způsobovat ztmavnutí listů, minimalizovat a měnit rychlost růstu rostlin a modifikovat časování a účinnost sklizně.

Regulátory růstu rostlin se považují na podstatný způsob pro produkci bavlníku. Mepiquát (označení IUPAC pro N,N-dimethylpiperidinium), první široce přijatý regulátor růstu bavlníkových rostlin, se zpravidla používá pro ošetřování rostlin ve formě své chloridové soli, tedy jako mepiquátchlorid (chloridová sůl mepiquátu) nanášením na list.

Nejzřejmějším účinkem mepiquátchloridového regulaátoru růstu bavlníkové rostliny je celkové snížení výšky rostliny, snížení vzdálenosti mezi kolénky a zmenšení šířky rostliny. Naproti tomu se podporuje pronikání světla ke spodním listům rostliny a podporuje se retence a vývoj nižších tobolek.

Podobného příznivého účinku, kterého se často dosahuje, je zvýšení hmotnosti sklizených bavlníkových tobolek. Jiným, vysoce žádaným účinkem, kterého se často dosahuje při aplikaci mepiquátchloridového regulátoru růstu rostlin je "časnost" otevírání tobolek (Khafaga, Angew. Botanik 57, str. 257 až

10.10.00

265, 1983; Sawan a kol., J. Agronomy & Plant Science 154, str. 120 až 128, 1985; Ray Deciphering PGRs, Cotton Farming, červen 1997, str. 18 až 20; Cotton Production, 1995, Delta Agricultural Digest, str. 22 až 24 (publikováno organizací Argus Agronomics, divise organizace Argus Inc.); americký patentový spis číslo 3 905798; americký patentový spis číslo 4 447255; Pix Official Handbook).

Jak se uvádí v americkém patentovém spise číslo 3 905798 (Zeeh a kol.), jsou všechny známé mepiquátové soli hygroskopické pevné látky. Proto se musí všechny suché tekoucí formy mepiquátových regulátorů růstu rostlin připravovat za použití různých pevných nosičů, jako jsou například hlinky a hnojiva nebo speciálními způsoby přípravy a balení k izolaci pevných podílů před jakoukoliv vlhkostí okolí. Kromě toho z evropského patentového spisu číslo EP-A 710071 je znám způsob výroby a sušení hygroskopického mepiquátchloridu pro pevné prostředky a zvláště pro výrobu tablet.

Dále z evropského patentového spisu číslo EP-A 573177 je znám například vody prostý způsob výroby mepiquátchloridu, přičemž se produkt musí balit do polyvinylalkoholových sáčků ve vodě rozpustných k ochraně produktu proti vlhkosti a rozpouštění v důsledku absorpce vodní páry.

Světový patentový spis číslo WO 09/09627 popisuje způsob výroby ve vodě dispergovatelných granulí mepiquátchloridu. Uvádějí se způsoby předcházení hygroskopickým problémům pomocí určitých pomocných činidel, jako jsou například syntetické křemičitany vápníku, pojidla a směsi různých sulfonátů sodných a/nebo karboxylátů.

Ve výrobním prostředí je hygroskopická povaha mepiquátových solí nežádoucí z četných důvodů. Vlhkost způsobuje zvláště disociaci na ionty prostředků obsahujících mepiquátchlorid,

10.10.00

což vede k poměrně nízkým hodnotám pH. Prvním důsledkem je poměrně silné korozní prostředí při skladování vlhkých pevných látek po delší dobu. Kromě toho vyšší koncentrace chloridových aniontů ve vodě vykazují silné korozní působení na většinu typů ocelí a kovů. Proto se musejí používat zvláštní výrobní procesy a aparatury k předcházení korozního působení mepiquátových solí.

Monoboráty mepiquátu, zvláště monoboráty, monoborátcheláty nebo komplexy se používají jako tónovače v elektrofotografii (například japonský patentový spis číslo JP-A 05/265257; JP-A 02/166713). Alifatické kvarterní amoniové monoboráty s otevřeným řetězcem jsou v literatuře rovněž popsány (například *Electrochim. Acta* 39, str. 18, 1994; *Z. Naturforsch. B (Chim. Sci.)* 48, str. 7, 1993; *Z. Naturforsch. B, Anorg. Chem. Org. Chem.*) 33 B, str. 20, 1978; *J. Nonmetals* 2 (2), str. 103, 1974; japonský patentový spis číslo JP-A 89/322006; americký patentový spis číslo US 3 403304). Tyto známé amoniové monoboráty se používají jakožto elektrolyty, katalyzátory pro polymeraci, zpomalovače hoření nebo biocidy na bázi boru. Dosud však nikdy nebylo popsáno jejich použití v zemědělském sektoru.

Jakkoliv jsou hygroscopické a korozivní charakteristiky mepiquátchloridových solí známým problémem, nebyly dosud popsány mepiquátové sloučeniny, které by byly prosty hygroscopických nebo korozních vlastností. Hledání takových sloučenin je komplikováno požadavkem, aby modifikace sloučenin ke snížení jejich hygroscopických a korozních vlastností nenarušovaly podstatně jejich schopnost regulace růstu rostlin. Jinak řečeno, aby užitečnost mepiquátu nebyla eliminována nebo podstatně narušena.

Se zřetelem na takovou biologickou účinnost a na rovnoměrnou hygroscopickou povahu všech známých mepiquátových solí,

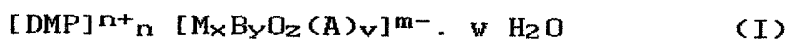
10.10.00

nebyly dosud popsány žádné mepiquátové sloučeniny s minimalizovanými nebo eliminovanými těmito problémy za udržení jejich vysoké biologické aktivity.

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu jsou nové mepiquátové regulátory růstu rostlin, které mají zlepšenou korozivitu a hygroskopičnost. Nové mepiquátové regulátory růstu rostlin podle vynálezu se mohou snadno připravovat z obchodně dostupného technického mepiquátchloridu například způsobem elektrochemické iontové výměny nebo kvarternizací N-methylpiperidinu dimethylkarbonátem jakožto výchozí látky.

Nové mepiquátové regulátory růstu rostlin podle vynálezu obsahují mepiquátborátovou sůl, parciální mepiquátovou borátovou sůl nebo směsné mepiquátborátové soli včetně jejich hydratovaných forem. Tyto mepiquátborátové soli, parciální mepiquátové částečně borátové soli nebo směsné mepiquátborátové soli mají obecný vzorec I



kde znemaná

DMP N,N-dimethylpiperidinium,

M kation zemědělsky přijatelného kovu, atom vodíku nebo skupinu NH_4 ,

B atom boru,

O atom kyslíku,

A chelatotvorný nebo komplexotvorný podíl spojený alespoň s jedním atomem boru nebo jiný zemědělsky přijatelný ka-

10.10.00

tion,

m a n stejné celé číslo 1 až 6,

x celé číslo nebo zlomek 0 až 10,

y celé číslo nebo zlomek 1 až 48,

z celé číslo nebo zlomek 0 až 48,

v celé číslo nebo zlomek 0 až 24,

w celé číslo nebo zlomek 0 až 24.

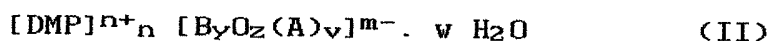
Díly vody v obecném vzorci I znamenají volnou nebo koordinovanou vnitřní krystalickou vodu nebo "vázanou" vodu, která se zpravidla vyjadřuje jako kondenzovaná voda borem vázaných hydroxylových skupin pro strukturu borátu.

Podle výhodného provedení znamená A molekulu ze souboru zahrnujícího 1-hydroxykarboxylové kyseliny, jako jsou například kyselina mléčná, mandlová nebo jablečná; mono- nebo oligohydroxymonokarboxylové, dikarboxylové nebo trikarboxylové kyseliny, jako jsou například kyselina vinná nebo citronová; glykoly, zvláště vicinální glykoly, jako jsou například 1,2-propylenglykol a 2,3-butylen glykol; alkoholy, jako jsou například ethanol, pentanol nebo benzylalkohol; monokarboxylové, dikarboxylové nebo trikarboxylové kyseliny, jako jsou například kyselina octová, šťavelová nebo benzoová; aminoalkoholy, jako jsou například ethanolamin nebo diethanolamin; polyalkoholy a cukry a jejich deriváty, jako jsou například alkoholy cukru, polyhydroxykarboxylové kyseliny, například glycerol, sorbitol, mannitol, glukóza a fruktóza a glukuronové kyseliny; a deriváty shora uvedených látek, například jejich etherové nebo esterové deriváty, které mohou vytvářet alespoň jednu

10.10.00

protickonukleofilní koordinaci k atomu boru, například ethery a estery s přidanou aminoskupinou, hydroxylovou skupinou nebo skupinou karboxylové kyseliny.

Podle výhodného provedení jsou vynálezem nové mepiquátové regulátory růstu rostlin, které obsahují mepiquáthborátovou sůl obecného vzorce II (tedy stejné jako obecného vzorce I, jedině x znamená 0)



kde znamená

DMP N,N-dimethylpiperidinium,

B atom boru,

O atom kyslíku,

A chelatotvorný nebo komplexotvorný podíl spojený alespoň s jedním atomem boru nebo jiný zemědělsky přijatelný kation,

m a n stejné celé číslo 1 až 6,

y celé číslo nebo zlomek 1 až 48,

z celé číslo nebo zlomek 0 až 48,

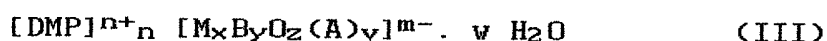
v celé číslo nebo zlomek 0 až 24,

w celé číslo nebo zlomek 0 až 24.

Obzvláště výhodnými jsou sloučeniny obecného vzorce II, kde znamená y celé číslo nebo zlomek 2 až 20, především 2 až 10 a zcela zvláště 3 až 10.

10.10.00

Podle jiného výhodného provedení jsou vynálezem nové mepiquátové regulátory růstu rostlin, které obsahují mepiquátborátovou sůl nebo parciální borátovou sůl, která může být smísená nebo zkomplexovaná s jinými zemědělsky přijatelnými s výhodou borátovými solemi. Zkomplexované nebo směsné soli podle vynálezu mají obecný vzorec III



kde znamená

DMP N,N-dimethylpiperidinium,

M kation zemědělsky přijatelného kovu, například sodíku, draslíku, hořčíku, vápníku, zinku, manganu nebo mědi, atom vodíku nebo skupinu NH_4 ,

B atom boru,

O atom kyslíku,

A chelatotvorný nebo komplexotvorný podíl spojený alespoň s jedním atomem boru nebo jiný zemědělsky přijatelný kation,

n a n stejné celé číslo 1 až 6,

x celé číslo nebo zlomek 0 až 10,

y celé číslo nebo zlomek 1 až 48,

z celé číslo nebo zlomek 0 až 48,

v celé číslo nebo zlomek 0 až 24,

w celé číslo nebo zlomek 0 až 24.

10.10.00

Obzvláště výhodnými jsou regulátory růstu rostlin, které obsahují sloučeniny vzorce III, kde znamená y celé číslo nebo zlomek 2 až 20, především 2 až 10 a zcela zvláště 3 až 10.

Ještě jiným výhodným provedením jsou nové mepiquátové regulátory růstu rostlin, které obsahují mepiquátborátovou sůl obecného vzorce I, s výhodou mepiquátborátovou sůl obecného vzorce II, včetně jejich hydrátových forem, kde znamená

- y celé číslo nebo zlomek 3 až 7,
- z celé číslo nebo zlomek 6 až 10,
- v nulu,
- w celé číslo nebo zlomek 2 až 10.

Obzvláště výhodné regulátory růstu rostlin obsahují sloučeniny obecného vzorce II, kde znamená

- y celé číslo nebo zlomek 3 až 5,
- z celé číslo nebo zlomek 6 až 8,
- v nulu,
- w celé číslo nebo zlomek 2 až 8.

Zcela především jsou výhodné regulátory růstu rostlin obsahující sloučeniny obecného vzorce II, kde znamená

- y číslo 5,
- z číslo 8,

10.10.00

v nulu,

w celé číslo nebo zlomek 2 až 3.

Mepiquáthborátové, parciální borátové a směsné borátové soli podle vynálezu mají sníženou korozivitu a hygroskopicitu. Jsou biologicky aktivní a regulují růst rostlin srovnatelnou nebo vyšší měrou než mepiquáthchlorid. Nové mepiquáthboráty se mohou snadno připravovat způsobem podle vynálezu konverzí solí, jako jsou mepiquáthhalogenidy, uhličitany, hydrogenuhličitany, sulfáty, hydrogensulfáty, monoalkylsulfáty s 1 až 4 atomy uhlíku nebo formiáty, zvláště však mepiquáthhalogenidy, sulfáty, monomethylsulfáty a formiáty s výhodou mepiquáthchlorid, na bážickou mepiquátovou sůl, jako je mepiquáthhydroxid novými elektrochemickými způsoby. Bážická mepiquátová sůl se pak nechává reagovat s kyselinou boritou za získání nových solí mepiquáthborátového typu, odpovídajících obecnému vzorci II a pro získání sloučenin obecného vzorce III se bážická mepiquátová sůl nechává reagovat s kyselinou boritou a s jinými sloučeninami. Konverze mepiquátových solí na mepiquáthhydroxid se může vhodně provádět také způsobem podle vynálezu za použití různých ionexových způsobů. S výhodou se mepiquátové soli, jako jsou mepiquáthhalogenidy, uhličitany, hydrogenuhličitany, sulfáty, hydrogensulfáty, monoalkylsulfáty s 1 až 4 atomy uhlíku nebo formiáty, zvláště však mepiquáthhalogenidy, sulfáty, monomethylsulfáty a formiáty, především mepiquáthchlorid převádějí na mepiquáthhydroxid způsobem elektrochemické výměny iontů za použití vhodného zařízení.

Kromě toho se nové mepiquáthboráty snadno připravují dalším způsobem podle vynálezu konverzí mepiquáthchloridu přímo na mepiquáthboráty novým, elektrochemickým způsobem, který bude blíže objasněn.

Mepiquáthboráty se také mohou připravovat za použití mepi-

10.10.00

quáthydroxidu, mepiquátuhličitanu nebo mepiquáthydrogenuhličitanu jakožto výchozích látek klasickými anorganickými reakcemi. S výhodou se nové mepiquátuhličitany a mepiquáthydrogenuhličitany mohou získat kvarternizací N-methylpyridinu a/nebo piperidinu dimethylkarbonátem za tepla, s výhodou za tlaku a za použití methanolu a/nebo vody jakožto rozpouštědel. Mepiquátuhličitan a/nebo mepiquáthydrogenuhličitan se pak nechají reagovat s kyselinou boritou a/nebo s odpovídajícími borátovými solemi. Popřípadě se mohou používat zásadité soli zemědělsky přijatelných kovů, shora uvedených v souvislosti s obecným vzorcem III, zvláště hydroxidy nebo uhličitany těchto kovů.

Ve všech shora uvedených způsobech se může přidávat chelátotvorný nebo komplexotvorný podíl A k získání prostředků, které obsahují sloučeniny obecného vzorce I až III, přičemž "v" se nerovná nule.

Podle výhodného provedení vynálezu prostředky, obsahující mepiquátborátové, parciální borátové a směsné borátové soli (souhrnně nazývané zde "mepiquátboráty", jsou v podstatě prsté chloridových nebo jiných halogenidových iontů.

Jako typické hodnoty obsahu halogenidových stop a halogenidových nečistot se uvádí hmotnostně 0 až 1 %, s výhodou 0 až 0,5 %, vztaženo na suchou hmotnost mepiquátborátů.

Je také výhodné, aby mepiquátboráty podle vynálezu měly hodnotu pH vodného roztoku přibližně 5 až přibližně 9, přičemž je výhodné, aby tyto roztoky byly neutrální.

Výhodné mepiquátboráty podle vynálezu obsahují dostatečné množství boru při poměru elementárního boru k mepiquátovému kationtu přibližně 1:2 až přibližně 20:1, výhodněji přibližně 2:1 až přibližně 20:1, především přibližně 3:1 až 10:1. Alespoň v některých případech je domněnka, že borátové anionty nebo

10.10.00

podíly, komplexované nebo asociované s mepiquátovým kationtem, jsou schopny potenciace nebo jiného podporování charakteristik mepiquátu jako regulátoru růstu rostlin, jak se podrobně uvádí v americké přihlášce vynálezu "Potentiated mepiquat Plant Growth Regulator Compositions" (Kenneth E. Fersch, Scott W. Gibson a David G. Hobbs, Spis PCT/EP/98/05149).

Nové mepiquátové regulátory růstu rostlin podle vynálezu jsou obzvláště žádoucí, jelikož jsou nehygroskopické a nekorozivní, jak bylo shora uvedeno. Kromě toho borátová hnojiva ve formě jednoduchých borátových solí, jako je SOLUBOR[®] (U.S. Borax Company) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) se již dlouho používají pro rostliny, jako je bavlník.

Bor je také složkou komplexních hnojivových směsí nebo mikroživinových prostředků, jako jsou Basfoliar[®] nebo Nutribor[®] (BASF AG). Proto mepiquátboráty podle vynálezu nezavádějí žádné nové chemikálie do životního prostředí nebo do plodin, jako je bavlník. Množství mepiquátového kationtu, nanášené na plodiny, jako je bavlník, výhodnými prostředky podle vynálezu, je srovnatelné nebo obecně stejné jako běžných mepiquátchloridových prostředků pro regulaci růstu rostlin, přičemž množství nanášeného boru na plodiny je nižší než množství nanášené běžnými borovými hnojivy a shora uvedená množství borových mikroživinových složek jiných hnojiv.

Mepiquátborátové prostředky podle vynálezu ve svých různých formách mohou být obecně označovány jako "solí", "koordinační sloučeniny" nebo "komplexy". Podobně jejich kationtové nebo aniontové podíly mohou být označovány jako "ionty" nebo "komplexní ionty". Pracovníkům v oboru jsou jasné teoretické rozdíly mezi "sloučeninou", "koordinační sloučeninou", "komplexe" a "solí" podobně jako teoretické rozdíly, pokud vůbec jsou mezi "iontem" a "komplexním iontem". To platí zvláště v případě anorganických prostředků a komplexů na bázi

aniontových podílů obsahujících bor a kyslík. Proto výraz "sůl" zahrnuje "soli", "koordinační sloučeniny" a "komplexy" a výraz "iont", "kationt" a "aniont" zahrnuje "ionty" a "komplexní ionty". Výrazem "zemědělsky přijatelný" se míní zemědělské, průmyslové a obývané území, které je kompatibilní s rostlinami.

Výrazem "mepiquátborátová sůl" se zde míní soli, koordinační sloučeniny a komplexy mepiquátových (N,N-dimethylpiperidinové) kationtů s borátovými anionty. Výrazem "parciální mepiquátborátová sůl" se zde míní koordinační sloučeniny, komplexy a soli mepiquátových kationtů se směsnými aniontovými podíly zahrnujícími borátové anionty a alespoň jeden jiný typ aniontu, který neobsahuje bor. Výrazem "směsná mepiquátborátová sůl" se zde míní koordinační sloučeniny, komplexy a soli směsi kationtů zahrnujících mepiquátové kationty a alespoň jeden jiný typ kationtů odlišný od mepiquátového kationtu pouze s borátovými anionty nebo se směsnými aniontovými podíly zahrnujícími borátové anionty a alespoň jeden jiný typ aniontu, který neobsahuje bor.

Výrazem "borát" se zde míní hydratované a bezvodé aniontové podíly na bázi sloučenin boru a kyslíku v různých formách zahrnujících přímé a kruhové struktury včetně jejich oligomorních a polymorfních forem, například zdvojených kruhů. Pracovníkům v oboru je jasné, že se může určitá forma borátového aniontu nebo polyaniontu snadno měnit v závislosti na chemickém okolí aniontového podílu. Je známo, že se zvláště struktury četných borátových aniontů mění podle různých podmínek hodnot pH a/nebo v závislosti na tom, zda je podíl jako pevná látka nebo jako vodný roztok.

Zvláště borátové anionty ve vodném roztoku o hodnotách pH 7 až 9 jsou obsaženy ve formě kruhů nebo zdvojených kruhů. Ze studií borových prostředků k regulaci růstu rostlin je zná-

mo, že v závislosti na koncentraci jsou shora uvedené borátové anionty zvláště rovnovážné směsi monoborátových, triborátových a pentaborátových struktur (C.G. Salentine, Inorg. Chem., 22, str. 3920, 1983).

Na druhé straně při hodnotách pH pod 6 mají borátové ionty sklon být ve formě borité kyseliny nebo řetězců vzorce $[\text{BO}_2]_q^-$, kde znamená q zpravidla větší číslo než 1. K tomu dochází zvláště za tepla, například za podmínek rozprašovacího sušení a kondenzace a odstraňování vody. Avšak za běžných podmínek rozprašovacího sušení (vstupní teplota 50 až 200 °C, zvláště 80 až 150 °C) se získají hlavně triborátové a pentaborátové aniontové struktury.

Různé aniontové borátové podíly, zpravidla hydrátové, reagují a/nebo vytvářejí komplex s vodou rychleji a ztrácejí svoji původní strukturu ve vodném roztoku s tím výsledkem, že aniontová struktura ve vodném roztoku pro určité boráty nemusí být stejná jako aniontová struktura v krystalické nebo v amorfní bezvodé formě, jelikož méně komplexních aniontů se kombinuje v průběhu krystalizačního procesu.

Je známo, že podobným způsobem různé polyoly a α -hydroxykarboxylové kyseliny a také různé polyaminy vytvářejí velmi stabilní komplexy (včetně chelátů) minořádně rychle s boráty ve vodných nebo v nevodných roztocích. Výhodně užívané jako komplexační/chelatační činidla jsou například následující sloučeniny A.

V obecném vzorci I znamená A molekulu ze souboru zahrnujícího 1-hydroxykarboxylové kyseliny, jako jsou například kyselina mléčná, mandlová nebo jablečná; mono- nebo oligohydroxymonokarboxylové, dikarboxylové nebo trikarboxylové kyseliny, jako jsou například kyselina vinná nebo citronová; glykoly, zvláště vicinální glykoly, jako jsou například 1,2-propy-

10.10.00

lenglykol a 2,3-butylenglykol; alkoholy, jako jsou například ethanol, pentanol nebo benzylalkohol; monokarboxylové, dikarboxylové nebo trikarboxylové kyseliny, jako jsou například kyselina octová, šťavelová nebo benzoová; aminoalkoholy, jako jsou například ethanolamin nebo diethanolamin; polyalkoholy a cukry a jejich deriváty, jako jsou například alkoholy cukru, polyhydroxykarboxylové kyseliny, například glycerol, sorbitol, mannitol, glukóza a fruktóza a glukuronové kyseliny; a deriváty shora uvedených látek, například jejich etherové nebo esterové deriváty, které mohou vytvářet alespoň jednu protickonukleofilní koordinaci k atomu boru, například ethery a estery s přidanou aminoskupinou, hydroxylovou skupinou nebo skupinou karboxylové kyseliny.

Výrazem "borát" se zde dále míní hydráty, polyolové komplexy, komplexy karboxylové kyseliny a aminové komplexy, které se snadno odvozují od borátů a hydratovaných borátů. Chemie borátů je podrobněji probrána v různé literatuře známé pracovníkům v oboru (například "Advanced Inorganic Chemistry, A Comprehensive Text", sekce 8-5, str. 229 až 233, třetí vydání, 1972; a Hollemann-Wiberg, "Lehrbuch der Anorg. Chemie", 81-90 vyd., od str. 631, "Boron, Metallo-Boron Compounds and Boranes", Intersciences Publishers, John Wiley and Sons, 1964 a Wolfgang Kliegel, "Bor in Biologie, Medizin and Pharmazie" Springer Verlag, 1980).

Sloučeniny obecného vzorce I až III podle vynálezu zahrnují alespoň jeden fragment bor-kyslík-bor jakožto strukturní prvek.

Mepiquátboráty podle vynálezu se mohou snadno připravovat ze solí mepiquátu o sobě známých zahrnujících například halogenidy, které se jako takové mohou připravovat o sobě známými způsoby například z amerického patentového spisu číslo US 3 905798 (Zeeh a kol.). S výhodou se mepiquátboráty podle vy-

nálezu připravují konverzí snadno dostupné mepiquátové soli, s výhodou z mepiquátchloridu na bázeickou mepiquátovou sůl například na mepiquáthydroxid a následnou neutralizací zásadité mepiquátové soli kyselinou boritou a popřípadě smísením s boráty zemědělsky přijatelného kationtu, jako jsou sodík, draslík, amonium, vápník, hořčík nebo zinek za vytvoření nových sloučenin obecného vzorce I.

Kromě toho bázeické soli shora uvedených zemědělsky přijatelných kationtů, například oxidy, hydroxidy, uhličitany nebo hydrogenuhličitany sodné, draselné, vápenaté, hořečnaté, zinečnaté nebo amoniové se mohou používat v kombinaci s kyselinou boritou nebo s jinými borátovými solemi.

Konverze mepiquátových solí jako jsou například mepiquát-halogenidy, uhličitany, hydrogenuhličitany, sulfáty, hydrogensulfáty, monoalkylsulfáty s 1 až 4 atomy uhlíku nebo formiáty, zvláště však mepiquáthalogenidy, sulfáty, monomethylsulfát a formiáty, na mepiquáthydroxid se může provádět podle vynálezu různými chemickými nebo elektrochemickými ionexovými způsoby včetně iontové výměny za použití různých ionexových pryskyřic a elektrochemickými ionexovými způsoby. S výhodou se mepiquátchlorid převádí na mepiquáthydroxid elektrochemickými způsoby za použití vhodných zařízení.

V současné době jsou elektrochemické způsoby za použití mikroporézních membránových separátorů výhodnými způsoby pro přípravu mepiquáthydroxidu. Takové elektrochemické způsoby se mohou provádět různými způsoby za použití různých známých zařízení. Například se mohou provádět bipolární elektrodialytické způsoby podobným způsobem, jako popsal H. Stratmann a kol. (Chemtech 6, str. 17 až 24, 1993).

Při tomto způsobu jsou bipolární elektrodialytické články vybaveny střídavým uspořádáním čtených bipolárních membrán

a četnými anexovými membránami. Střídavé uspořádání dvou typů membrán zvyšuje pluralitu "n" kyselinových a "n" zásadových zón, přičemž "n" znamená 1 až přibližně 300. Mezi membrány jsou vloženy distanční desky vzdálené přibližně 0,05 až přibližně 3 mm.

Bipolární elektrodialytický způsob se může provádět v přítomnosti vody buď v zásaditém prostředí (za použití zásaditého roztoku včetně například roztoku hydroxidu sodného) nebo v kyselém prostředí (za použití kyselého roztoku včetně například kyseliny sírové). Pro zásaditý způsob jsou výhodné niklové anody a ocelové katody. Pro kyselý způsob se dává přednost anodám DSA (rozměrově stálé anody, známé z elektrolýzy chloralkalie, jako jsou síťové anody z kovového titanu s různými směsnými oxidy, například s přechodovými kovy iridium, ruthenium, rhodium) nebo platinovým anodám a ocelovým nebo platinovým katodám. Používanou hustotou proudu je 1 až 14 A/dm², zvláště 4 až 10 A/dm². Reakční teplota je 10 až 60 °C.

Proces se začíná čerpáním zředěného například hmotnostně 1 až 60%, s výhodou 5 až 30% roztoku mepiquátové soli, zvláště mepiquáthalogenidového roztoku sadou zásaditých zón. Současně se kyselými zónami čerpá zředěná kyselina (hmotnostně 0,5% kyselina chlorovodíková). Při aplikaci elektrického pole migrují chloridové ionty anexovou membránou v souhlase se směrem pole od zásaditých oddílů do kyselých oddílů. Současně disociuje voda v bipolárních membránách na vodíkové kationty (kyselé oddíly) a hydroxidové anionty (zásadité oddíly). Hodnota pH kyselého okruhu se může udržovat na kyselé nebo na neutrální nebo na zásadité hodnotě přidáním zásady. S výhodou se hodnota pH v kyselém okruhu udržuje na kyselé hodnotě. Koncentrace soli, vytvářené v kyselém okruhu, je zpravidla hmotnostně 1 až 35 %. Bipolárním elektrolytickým zpracováním se získá hmotnostně 1 až 60%, s výhodou 1 až 35% a zvláště 5 až 30% roztok mepiquáthydroxidu, který je ve velké míře prost chloridů.

Je obzvláště výhodné připravovat boráty obecného vzorce I přímo bez izolace mepiquáthydroxidového stupně. V takovém případě se produkt zásaditého okruhu shora popsaného bipolárního elektrodialytického uspořádání zpracovává v průběhu elektrochemické reakce vhodným množstvím kyseliny borité (krystalické nebo koncentrovaným roztokem kyseliny borité), oxidy obsahujícími bor, a popřípadě v přítomnosti hydroxidů, oxidů, uhličitánů, hydrogenuhlíčanů zemědělsky přijatelných kovů, hydroxidu, uhličitanu nebo hydrogenuhlíтанu amonného nebo jejich směsí, takže se vytvářejí přímo sloučeniny obecného vzorce I. Pro tento účel se dává vodný roztok mepiquáthalogenidu, zvláště mepiquátchloridu o hmotnostní koncentraci 1 až 60%, s výhodou 1 až 35% a zvláště 5 až 30% do zásaditého okruhu bipolárního elektrolytického systému. Do kyselého okruhu se dává zředěný roztok (přibližně hmotnostně 0,5%) kyseliny, zásady nebo minerální soli, zvláště chlorovodíku, kyseliny sírové, hydroxidu sodného, hydroxidu draselného, chloridu sodného nebo chloridu draselného, s výhodou chlorovodíku nebo hydroxidu sodného, takže se dosáhne přiměřené počáteční vodivosti. Zavedením elektrického proudu do elektrod chloridové ionty migrují v souhlase s elektrickým polem selektivně anexovou membránou do kyselého okruhu, zatímco multivalentní anionty a kationty jsou zachycovány. Současně podobně v důsledku vlivu elektrického pole voda disociuje v bipolárních membránách na vodíkové kationty (kyselé oddíly) a hydroxidové anionty (zásadité oddíly). Uvolněné hydroxidové ionty deprotonují kyselinu boritou, takže se přímo vytvářejí sloučeniny obecného vzorce I.

Při tomto způsobu se hodnota pH kyselého okruhu udržuje na hodnotě 1 až 14, s výhodou 6 až 9 přidáním zásady. Pro elektrody se může použít všech materiálů známých z literatury. Proudová hustota je 1 až 14 A/dm², s výhodou 4 až 10 A/dm² a především 4 až 6 A/dm².

Koncentrace soli, vytvářené v kyselém okruhu, je zpravidla

hmotnostně 1 až 35 %, s výhodou 5 až 15 %. Reakční teplota je 10 až 60 °C, s výhodou 30 až 50 °C. Mepiquátborátové soli obsahují nejvýše hmotnostně 1 % a s výhodou 0,5 % chloridu, vztaženo na mepiquátborátovou sůl (suchou hmotnost).

Alternativní elektrochemický způsob přípravy mepiquáthydroxidu z odpovídající soli, zvláště z chloridu se může obecně provádět za použití ionexového elektrolytického způsobu obecně popsaného v britském patentovém spise číslo GB-A 1066930 (Monsanto). Při tomto způsobu se běžný elektrolytický článek deska/rám převádí na bipartitový článek katexovou membránou (například Nafion^R katexová membrána) umístěnou mezi anodu a katodu. Výhodným anodovým materiálem jsou zvláště DSA elektrody a výhodným katodovým materiálem legovaná ocel (RA4) nebo nikl.

Do anolytového čerpacího okruhu se dodává hmotnostně 5 až 60% vodný roztok mepiquátchloridu. Do katolytového čerpacího okruhu se dodává hmotnostně například 0,5 až 1% vodný roztok mepiquáthydroxidu.

Při elektrolytickém způsobu dochází k selektivnímu přenosu mepiquátových iontů katexovou membránou ve směru katolytu, přičemž současná katodová elektrolýza vody generuje vodíkové kationty a hydroxidové anionty. Současně s přenosem mepiquátových kationtů z anolytu se vytváří žádaný mepiquáthydroxid. Anodová reakce má formu elektrolytické oxidace chloridových iontů na elementární chlor, který se kontinuálně odvádí kontinuálním praním anolytu.

Kromě toho se mepiquátboráty mohou snadno připravovat z mepiquátuhličitánů a z mepiquáthydrogenuhličitánů, které jsou nové. Mohou se připravovat kvarternizací piperidinu a N-methylpiperidinu dimethylkarbonátem. Mepiquátuhličitany a mepiquáthydrogenuhličitany se mohou používat přímo - bez vy-

tváření mepiquáthydroxidu - pro přípravu mepiquátborátů.

Nové mepiquátborátové soli, parciální borátové soli a směsné borátové soli se připravují podle vynálezu reakcí zásadité mepiquátové soli (například mepiquáthydroxidu, mepiquátuhličitanu, mepiquáthydrogenuhličitanu) s kyselinou boritou nebo s oxidem boritým nebo se zemědělsky přijatelnou borátovou solí a/nebo s chelatačním činidlem (viz shora uvedenou definici symbolu A). Takové borátové soli zahrnují jakékoliv známé borátové soli včetně například borátu sodného, metaborátu sodného, triborátu sodného, pentaborátu sodného, polyborátů, boraxu, dekahydrátu boraxu, pentahydrátu boraxu, tetrahydrátu dinatriumoktaborátu (obchodně dostupný jako Solubor^R společnosti Borax, U.S. Valencia, CA). Množství kyseliny borité nebo borátové soli se volí k dosažení žádoucího poměru elementárního boru k mepiquátovému kationtu v konečném mepiquátborátu. S výhodou mají mepiquátboráty podle vynálezu hmotnostní poměr mepiquátu k boru (vztaženo na elementární bor a mepiquátový kationt) alespoň přibližně 2:1 až 1:20, zvláště alespoň 1:2 až 1:20 a především alespoň přibližně 1:3 až 1:10. Množství elementárního boru může být výrazně vyšší než mepiquátového kationtu a může být až 1:50 nebo i vyšší. Je také možné mísit sloučeniny obecného vzorce II s přídatnými zdroji boru, jako jsou Solubor^R nebo borax nebo se směsemi kyseliny borité a zásaditých solí zemědělsky přijatelných kovů, jako jsou například oxidy, hydroxidy, uhličitany a hydrogenuhličitany sodné, draselné, vápenaté nebo hořečnaté, k získání sloučenin obecného vzorce III.

V současné době mají výhodné mepiquátboráty poměr boru k mepiquátu přibližně 2:1 až přibližně 10:1 (vztaženo na elementární bor a mepiquátový kationt).

Poměr boru k mepiquátu se řídí začleňováním neborátových aniontových reakčních činidel nebo borát komplexujících slouče-

nin v průběhu reakce báze mepiquátové soli s kyselinou boritou nebo s borátovou solí; nebo začleněním borátových aniontových sloučenin do prostředku buď jako neutralizované kyseliny borité nebo přímo ve formě zemědělsky přijatelné borátové soli. Vhodná chelatační činidla nebo borát komplexující sloučeniny zahrnují například polyoly, zvláště nižší alkylglykoly a cukry; α -hydroxykarboxylové kyseliny, jako je kyselina mléčná a mandlová; 2,3-dihydroxykarboxylové kyseliny, jako je kyselina vinná; nebo kyseliny, jako je kyselina antranilová; různé polyaminy, jako je ethylendiamintetraoctová kyselina (EDTA).

S výhodou prostředky podle vynálezu, obsahující mepiquátborátové, parciální borátové a směsné borátové soli (společně zde označované jako "mepiquátboráty"), jsou v podstatě prosté chloru nebo halogenidových iontů, jak naznačuje hmotnostní obsah chloridu nebo jiných halogenů 0 až 1 %, zvláště 0 až 0,5 %, vztaženo na sloučeniny obecného vzorce I. Například boráty, získané uhličitanovou cestou, obsahují přibližně 1 ppm nebo ještě méně halogenu.

Obecně jsou boráty, překrystalované a čištěné ve vodě, v podstatě prosté chloridu.

Může být také výhodné pro mepiquátboráty podle vynálezu, aby hodnota pH vodného roztoku byla přibližně neutrální, to znamená přibližně 5 až přibližně 9.

Mepiquátborátové prostředky k regulaci růstu rostlin podle vynálezu se nanášejí na nadzemní části rostlin, jde tedy o aplikaci na list k regulaci růstu rostlin. Rostliny se mohou ošetřovat sloučeninami nebo prostředky podle vynálezu, přičemž jsou zahrnuty jakékoliv rostliny podle shora uvedeného amerického patentového spisu číslo 3 905 798 (Zeeh a kol.) a jiné rostliny, které se běžně ošetřují známými mepiquátovými pro-

středky včetně pšenice, ječmene a jiných druhů obilí, vinné révy, mexického pryšce a jiných okrasných rostlin a zvláště bavlníku. Takové ošetřování na list se může provádět jakýmkoliv běžným způsobem a za použití zařízení o sobě známých v oboru například včetně stříkání, rozprašování, poprašování, aplikace ramenovými a ručními stříkačkami, hydraulickými tryskami, elektrostatickými rozprašovači a stříkačkami. Popřípadě je možné nanášení prostředků letadly nebo vrtulníky vybavenými aplikačními systémy pro kapaliny nebo granule. Je výhodné nanášet prostředky podle vynálezu ve formě vodných roztoků.

Sloučeniny nebo prostředky podle vynálezu se mohou nanášet na bavlník nebo na jiné rostliny jednorázově, výhodnější je však opakované nanášení v průběhu období růstu, přičemž časování nanášení a koncentrace účinné látky se řídí v závislosti na faktorech, jako jsou druh rostliny, vývojové stadium rostliny a roční období, místo a poloha ošetření, klimatické podmínky, například teplota, množství srážek a také délka dne a intenzita světla, charakteristiky půdy, včetně hnojení. Uvádí se, že se sloučeniny nebo prostředky podle vynálezu nejlépe nanášejí v případě balníkových rostlin v dávce, vztaženo na mepiquátový kation, přibližně 1 g/ha až přibližně 100 g/ha na každé ošetření. Uvádí se také, že se sloučeniny nebo prostředky podle vynálezu nejlépe nanášejí v případě balníkových rostlin podle stejných úvah jako prostředky k regulaci růstu rostlin PIX^R, jak se uvádí například v příručce PIX^R Plant Regulator, Official Handbook 1996, BASF Corporation, Research Triangle Park, NC.

Jako běžný mepiquát působí mepiquátborát podle vynálezu inhibičně na vegetativní růst rostlin, což se projevuje zvláště ve snížení růstu do výšky. Proto ošetřené rostliny vykazují snížený vzrůst a většinou se pozoruje tmavší zabarvení listů. Kromě jiného je také umožněna dokonale mechanizovaná sklizeň této důležité rostliny. Pro poměrně malou hmotnost listů a

rostliny po ošetření se také může snížit napadání různými nemocemi (jako jsou houby). Inhibice vegetativního růstu také umožňuje menší vzdálenosti jednotlivých rostlin a tak lepší využití plochy půdy.

Alespoň v některých případech se zdá, že borátové anionty nebo podíly, komplexované nebo asociované s mepiquátovým kationtem, jsou schopny potenciace nebo jiné podpory mepiquátových prostředků k regulaci růstu rostlin. Výrazem "potenciace" se zde vždy míní jak kvantitativní zlepšení, tak kvalitativní zlepšení jednoho nebo několika různých jevů působení na růst rostlin nebo na vlastnosti rostlin, které nejsou podporovány běžným mepiquátchloridem nanášeným samotným zvláště na bavlníkové rostliny. Proto v některých případech prostředky podle vynálezu jsou schopné zvyšovat výtěžek vyzrnlé bavlny, zintenzivnit, avšak řízeně, vývoj bavlníkové rostliny a/nebo zkrátit potřebnou dobu pro otevírání bavlníkových tobolek o jeden nebo několik dní nebo o delší dobu v závislosti na určitém období růstu, na místě a povětrnostních podmínkách a vhodně řídit sklizeň bavlny.

Mepiquátborátové sloučeniny nebo prostředky podle vynálezu se doávají pro zemědělské účely v různých formách a obalech, například jako koncentrát, tankové směsi, to jsou prostředky pro přímé použití, a také v různých koncentracích a v různých fyzikálních formách. Mepiquátborátové sloučeniny nebo prostředky podle vynálezu se mohou přímo dodávat jako suché granule, tablety nebo prášek, jelikož jsou nehygroscopické. Mohou se však dodávat také jako kapalinové koncentráty nebo kapaliny pro přímé použití.

S výhodou je obchodní formou kapalina pro přímé použití nebo pro ředění, přičemž prostředky podle vynálezu obsahují účinnou látku ve hmotnostním množství přibližně 0,01 až přibližně 40 %, vztaženo na hmotnost mepiquátového kationtu.

Mepiquátborátové koncentráty, vyrobené různými způsoby, se mohou přímo používat jakožto směsi pro přímé zemědělské použití.

Mepiquátborátové koncentráty se mohou kromě toho vakuově sušit k odstranění vody nebo rozprašováním za získání ve vodě rozpustných prášků nebo granulí.

Popřípadě mohou být sloučeniny nebo prostředky podle vynálezu ve formě kapalně emulze nebo suspenze, přičemž je veškerá účinná látka nebo její část rozpuštěna nebo suspendována v kapalině.

Emulzní nebo suspenzní koncentráty jsou často výhodné, jelikož obsahují vyšší množství účinné látky a snižují objemnost obalů.

S výhodou se prostředky dodávají uživateli pro zemědělské účely ve formě koncentrátu v utěsněných obalech. Takové obaly přirozeně zahrnují například skleněné nebo plastové láhve nebo lahvovité obaly, kartonové obaly, například sáčky z různých filmů, fólií a/nebo z papírových materiálů nebo z jejich laminátů. V takových případech se koncentrovaný prostředek před použitím ředí uživatelem podle návodu, takže se účinná látka nanáší ve specifických dávkách, jak bude dále ještě podrobně vysvětleno. Zpravidla se koncentrátový prostředek ředí v poměru přibližně 2:1 až přibližně 800:1.

Zpravidla koncentrátové prostředky a prostředky pro přímé použití pro ošetření rostlin obsahují také alespoň jedno zemědělsky přijatelné ředidlo v oboru o sobě známé včetně v případech kapalných prostředků například vody, dimethylsulfoxidu, n-methylpyrrolidonu, ketonů jako cyklohexanonu, aromatických a alifatických uhlovodíkových olejů, rostlinných olejů a modifikovaných rostlinných olejů, jako jsou esterifikované rost-

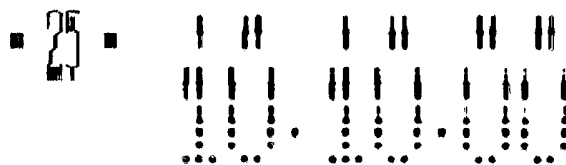
linné oleje, alkoholů jako jsou isopropylalkohol a ethylalkohol, polyolů, jako jsou ethylenglykol a propylenglykol, a esterů.

Avšak některé ze shora uvedených alkoholů a polyolů mohou reagovat v roztoku s borátovými anionty jakožto chelatační činidla.

Kromě toho mohou kapalné prostředky také obsahovat zahušťovadla, jako jsou například xanthan (Kelzan S společnosti Kelco/Monsanto Performance Materials Company), činidla na přírodní bázi, jako jsou guarová klovatina, karubová klovatina nebo algináty jako alginát sodný, suspenzní koncentráty minerálů jako bentonity nebo hektority, technické polymery jako polymery nebo kopolymery akrylové kyseliny, akrylát sodný nebo akrylamidový monomer nebo deriváty cukrů jako karboxymethylcelulóza (CMC) nebo methylcelulóza a/nebo další deriváty celulózy, technické soli nebo směsi těchto sloučenin. Tyto přísady se používají ve hmotnostním množství 0 až 10 %. Zvláště se používají xanthany, s výhodou ve hmotnostním množství 0 až 1 %.

Pevné prostředky mohou obsahovat různé hlinky, pojidla a plnidla, jako jsou například křemelina, attapulgit, hnojiva, jako jsou například síran amonný, dusičnan amonný a močovina, pevné polyoly, jako jsou například sorbitol, mannitol a jiné cukry, a jiné pevné nosiče, jako jsou například sůl, prach, dřevěné a celulózové částice. Pevné prostředky mohou obsahovat také různé jiné zemědělsky přijatelné nosiče například uvedené ve shora zmíněném americkém patentovém spise číslo US 4 447255 (8. května 1984, Schott a kol.) a US 3 905798 (16. září 1975, Zeeh a kol.).

Kromě toho mohou pevné prostředky podle vynálezu obsahovat různé jiné účinné látky, jako jsou například herbicidy, fungicidy, insekticidy, jiné účinné látky ovlivňující růst nebo po-



mocná činidla běžně používaná v oboru, jako jsou například činidla usnadňující penetraci, povrchově aktivní činidla, odpadní oleje, činidla bránící unášení větrem, odpěňovací činidla, konzervační činidla, smáčedla, činidla ovlivňující přilnavost, antimikrobiální činidla a jejich směsi, jak je pracovníkům v oboru známo například ze shora uvedených amerických patentových spisů číslo US 4 447255 a US 3 905798.

Účinnost nových borátů podporují zvláště aniontová povrchově aktivní činidla, dispergační činidla a povrchově aktivní činidla:

Aniontová povrchově aktivní a dispergační činidla:

mýdla (alkalické soli soli, soli alkalických zemin a amoniové soli mastných kyselin), jako je například stearát draselný; alkylsulfáty; alkylethersulfáty, jako jsou například sulfatované hexadekonoly, heptadekanoly a oktadekanoly a mastné alcohglykolethery; alkyl/isoalkylsulfonáty; alkalické soli soli, soli alkalických zemin a amoniové soli arylsulfonových a alkylbenzensulfonových kyselin, například kyseliny ligninsulfonové, fenolsulfonové, naftalensulfonové a kyseliny dibutyl-naftalensulfonové, nebo dodecylbenzensulfonáty sodné; alkyl-naftalensulfonáty; methylalkylsulfonáty; acylglutamáty; alkyl-sukcinoylsulfonáty; alkylmonofosfáty a alkyl difosfáty; sarkosináty, například natriumlauroylsarkosinát; tauráty; dále kondenzační produkty sulfonovaného naftalenu a jejich deriváty s formaldehydem; kondenzační produkty kyseliny naftalensulfonové, fenolu a/nebo fenolsulfonových kyselin a jejich solí s formaldehydem a/nebo s močovinou; proteinové hydrolyzáty zvláště jako dispergační činidla; odpadní ligninsulfitové louhy a methylcelulóza.

Kationtová povrchově aktivní činidla:

alkyltrimethylamonimhalogenidy/alkylsulfáty; alkylpyridinium-halogenidy; dialkyldimethylamoniumhalogenidy/alkylsulfáty.

Neiontová povrchově aktivní činidla:

poly(ethylen glykol)estery mastných kyselin, jako je například laurylalkohol; poly(ethylen glykol)etheracetát; alkylpoly(ethylen glykol)ethery nebo poly(propylen glykol)ethery například isotridecylalkohol a poly(ethylen glykol)ethery mastných alkoholů; poly(ethylen glykol)ethery alkylarylalkoholů, jako je například oktylfenylpoly(ethylen glykol)ether; alkoxylované živočišné nebo rostlinné tuky a oleje, jako jsou například ethoxyláty kukuřičného oleje, ethoxyláty ricinového oleje a ethoxyláty loje; glykolestery například glycerolmonostearát; alkoxy-láty mastného alkoholu a oxoalkoholalkoxyláty; alkoxy-láty mastné kyseliny, jako je například ethoxylovaná olejová kyselina; alkylfenylalkoxyláty, jako jsou například ethoxylovaný isooktylfenol, oktylfenol nebo nonylfenol, tributylfenolpoly-(ethylen glykol)ethery; mastné aminalkoxyláty; amidalkoxyláty mastných kyselin; sacharidová povrchově aktivní činidla, sorbitolestery například sorbitanové estery mastných kyselin (sorbitanmonooleát, sorbitantristearát); poly(ethylen glykol)-sorbitanové estery mastných kyselin, alkylpolyglykosidy, N-alkylglukonamidy; alkylmethylsulfoxidy; alkyl dimethylfosfinoxydy, například tetradecyldimethylfosfinoxid.

Podvojná povrchově aktivní činidla:

sulfobetainy; karboxybetainy; alkyl dimethylaminoxidy například tetradecyldimethylaminoxid.

Polymerní povrchově aktivní činidla:

diblokové, triblokové a polyblokované kopolymery typu $(AB)_x$, ABA a BAB, jako jsou například poly(ethylenoxid)ové blokované kopolymery a poly(propylenoxid)ové blokované kopolymery, polystyren-poly(ethylenoxid)ové blokované kopolymery; AB-kombinované kopolymery polymethakrylát-poly(ethylenoxid)kombinované kopolymery například polymethakrylátpoly(ethylenoxid)ový kombinovaný kopolymer.

A další jiná povrchově aktivní činidla:

například perfluorovaná povrchově aktivní činidla; silikonová povrchově aktivní činidla; fosfolipidy například lecithin nebo chemicky modifikované lecithiny; aminokyselinová povrchově aktivní činidla například N-lauroylglutamát; povrchově aktivní homopolymery a kopolymery například polyvinylpyrrolidon, polyakrylová kyselina, poly(vinylalkohol), poly(ethylenoxid), maleinanhydridisobutenové kopolymery a vinylpyrrolidon(vinylacetátové kopolymery).

V takových případech alkylové řetězce shora uvedených pomocných činidel jsou lineární nebo rozvětvené. Délka alkylových řetězců je obecně $8 < n < 20$.

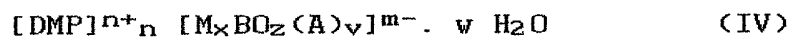
Prostředky podle vynálezu obsahují sloučeninu obecného vzorce I a hmotnostně 0 až 60 % jiné účinné látky a/nebo povrchově aktivního činidla a/nebo jiné užitečné látky.

Přednost se dává novým pevným prostředkům podle vynálezu, které obsahují jako novou účinnou látku pro regulaci růstu rostlin sloučeninu obecného vzorce I. Obsahují hmotnostně 5 až 100 % sloučeniny obecného vzorce I a zvláště sloučeniny obecného vzorce II.

Přednost se také dává novým suspenzním koncentrátům. Takové koncentráty obsahují sloučeninu obecného vzorce I a shora uvedené zahušťovadlo. Do takových prostředků je možné přidávat jiné účinné látky, zvláště ve hmotnostním množství 0 až 50 %, s výhodou 0 až 30 %, povrchově aktivní činidla a jiné užitečné látky. Takové suspenzní koncentráty obsahují hmotnostně 30 až 90 %, zvláště 50 až 80 % sloučeniny obecného vzorce I a 0 až 10 %, zvláště 0 až 1 % zahušťovadla. Jakožto výhodná zahušťovadla se uvádějí xanthan, například Kelzan S (Kelco/Monsanto Performance Materials Company) zvláště ve hmotnostním množství 0 až 1 %.

10.10.00

Vynález se také týká prostředků obsahujících jakožto regulátor růstu rostlin mepiquátmonoborátové soli obecného vzorce IV



kde znemaná

DMP N,N-dimethylpiperidinium (mepiquát),

M kation zemědělsky přijatelného kovu, atom vodíku nebo skupinu NH_4 ,

B atom boru,

O atom kyslíku,

A chelatotvorný nebo komplexotvorný podíl spojený alespoň s jedním atomem boru,

m a n stejné celé číslo 1 až 6,

x celé číslo nebo zlomek 0 až 10,

z celé číslo nebo zlomek 0 až 48,

v celé číslo nebo zlomek 0 až 24,

w celé číslo nebo zlomek 0 až 24.

Díly vody v obecném vzorci IV znamenají volnou nebo koordinovanou vnitřní krystalickou vodu nebo "vázanou" vodu, která se zpravidla vyjadřuje jako kondenzovaná voda borem vázaných hydroxylových skupin pro strukturu borátu.

Tyto prostředky se mohou používat k regulaci růstu rost-

lin. Také pro tento případ jsou použitelné shora uvedené skutečnosti například ohledně používaných množství a ošetřovaných rostlin. Totéž platí o shora uvedených pomocných látkách a parametrech.

Následující příklady praktického provedení objasňují, nikoli však neomezují žádoucí formulace a zlepšení regulace růstu rostlin podle vynálezu. Procenta jsou míněna vždy hmotnostně, pokud není uvedeno jinak.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Příprava roztoků N,N-dimethylpiperidiniumhydroxidu bipolární elektrodialýzou

Elektrochemický proces tohoto příkladu se provádí obecným způsobem, který popsal H. Stratmann a kol. (Chemtech 6, str. 17 až 24, 1993).

Bipolární článek pro elektrodialýzu se konstruuje střídáním z pěti bipolárních membrán (obchodně dostupné jako "Neosepta BP1" společnosti Tokuyama, Japonsko), s pěti anexovými membránami (obchodně dostupné jako membrány "AMH" společnosti Tokuyama, Japonsko) o rozměrech 13 x 6 cm. Celková plocha membrány je přibližně 3,78 dm². Vzdálenost mezi membránami je 0,5 mm. Do zásaditých oddílů se dává 1000 g 10% vodného roztoku N,N-dimethylpiperidiniumchloridu. Do kyselých oddílů se dává 1000 g 0,5% kyseliny chlorovodíkové. Po zapojení dialyzačního proudu (3,78 A) obě kapaliny recirkulují průtočnou rychlostí přibližně 20 l/h při teplotě 40 °C.

Po době dialýzy 240 minut se původní koncentrace chloridu (2,37%) v zásaditých oddílech snížila na méně než 0,1%, což

znamená, že ochuzení Cl^- dosáhlo 99,5 %. Získá se 923 g 9,1% roztoku N,N-dimethylpiperidiniumhydroxidu jako výstupu ze zásaditých oddílů a 994 g přibližně 3% kyseliny chlorovodíkové jako výstup z kyselých oddílů.

Příklad 2

Elektrochemická příprava N,N-dimethylpiperidiniumhydroxidu oxidací chloridu na elementární chlor jako anodová reakce

Elektrochemický proces podle tohoto příkladu se provádí obecným způsobem popsaným v patentovém spise číslo GB-A 1066930 (Monsanto). Běžný elektrolytický článek deska/rám se přemění na bipartitový článek katexem (obchodně dostupný produkt Nafion^R 430 společnosti Du Pont), který se umístí mezi anodu a katodu. Aktivní plocha anody a katody je vždy 1 dm². Anodou je DSA a katodou je elektroda z legované oceli.

Katolytem je 100 g vodného 0,5% roztoku N,N-dimethylpiperidiniumhydroxidu. Anolyt tvoří 1000 g vodného 30% roztoku N,N-dimethylpiperidiniumchloridu. Při teplotě 40 °C a proudu 10 A dochází k pohybu kationtů N,N-dimethylpiperidinia z anolytového okruhu do katolytového okruhu při napětí článků 6 až 10 V. Současně se na anodě tvoří chlor.

Po osmi hodinách se jako katolytový výstup získá 1370,7 g vodného 15,6% roztoku N,N-dimethylpiperidiniumhydroxidu. Roztok obsahuje 140 ppm zbytkového chloru. Na základě pozorovaného konverzního poměru 71,3%, je celkový proudový výtěžek 54,7%.

Příklad 3

Příprava roztoku N,N-dimethylpiperidinia $[\text{B}_5\text{O}_6(\text{OH})_4]^-$ bipolární elektrodialýzou - sloučenina 1.0

Bipolární článek pro elektrodialýzu sestává ze střídavě uspořádaných pěti bipolárních membrán (například typu Aqualytic polysulfone) a pěti anexových membrán (například AM-3 společnosti Tokuyama, Japonsko) s celkovou plochou membrány 10 dm². Vzdálenost mezi membránami je 0,5 mm. Do zásaditého okruhu je zařazena jímka s míchací jednotkou, do které se dávkuje před spuštěním elektrolýzy 13,3 kg kyseliny borité. Do zásaditého okruhu se vnese 50,0 kg 12% roztoku mepiquátchloridu. V kyselém okruhu se připraví 0,5% roztok chloridu sodného, který je během elektrodialýzy udržován na hodnotě pH 6 až 8 přidáváním 29,0 kg 10% roztoku hydroxidu sodného. V elektrodo-
vém okruhu cirkuluje 5% roztok síranu sodného. Anoda a katoda jsou platinové. Po 48 hodinách se při teplotě 40 °C průtočná rychlost 100 l/h a počáteční proudová hustota 5,7 A/dm² koncentraci chloridových iontů sníží z 2,86 % na 0,12 %, což odpovídá stupni odsolení 96,2 %. Kyselina boritá v jímce se během elektrodialýzy úplně rozpustí. Zásaditý okruh obsahuje 59,2 kg 22,7% roztoku $\text{DMP}^+[\text{B}_5\text{O}_6(\text{OH})_4]^-$. Výtěžek, vztažený ke množství DMP je 99,5% a proudová účinnost je 93,2%.

Příklad 4

Příklad 4a

Příprava směsi N,N-dimethylpiperidiniumhydrogenuhlíčitanu a N,N-dimethylpiperidiniumuhlíčitanu (mepiquáthydrogenuhlíčitanu a mepiquátuhlíčitanu)

Směs 68,1 g N-methylpiperidinu (čistoty 80% s obsahem 20 % vody) [0,551 mol N-methylpiperidinu, 0,756 ml vody], 99,3 g dimethylkarbonátu [1,103 mol] a 88,3 g methanolu [2,759 mol] se čerpá při teplotě 160 °C a za tlaku 6 MPa průtočnou rychlostí 100 ml/h 50 ml trubkovým průtočným reaktorem (d=4 mm, l=4 m, tloušťka stěny 1 mm z nerezavějící oceli).

Nato se reakční směs přenesse do destilační baňky s 20 cm

sloupcem Vigreux a ručně se řídí výška ve sloupci a podrobí se destilaci za tlaku okolí. Oddestilované nízkovroucí frakce se nahrazuje průběžným přidáváním vody [340 g]. Během destilace se teplota destilační nádoby udržuje 72 až 102 °C u dna a 67 až 99 °C v hlavě kolony.

Podle iontové chromatografické analýzy obsahuje destilační zbytek (313 g) 19,5 % mapiquátového kationtu 19,5% (97,2 % teorie). Titrací zjištěno 3,3 g CO_3^{2-} u dna/100 g a 4,1 g HCO_3^- /100 g jako aniontu (100% teorie). GC analýzou hlavového prostoru plynovou chromatografií GC zjištěn obsah methanolu 50 ppm a obsah dimethylkarbonátu <100 ppm.

Příklad 4b

Příprava N,N-dimethylpiperidiniumhydrogenuhličitanu

Oxid uhličitý se nechá probublávat jednu hodinu 553 g 15,56% vodného roztoku N,N-dimethylpiperidinhydroxidu. Roztok se během 20 minut zahřeje na teplotu 20 až 38 °C a ochladí se. Přidá se 300 g toluenu do 100 ml roztoku. Výsledná směs se udržuje na teplotě zpětného toku a voda se oddestiluje azeotropicky během 11 hodin.

Vysrážená pevná látka se odfiltruje sacím filtrem, promyje se pentanem a vysuší se při teplotě 50 °C za sníženého tlaku. Získá se 14,2 g bílého, mimořádně hygroskopického produktu.

^1H NMR (D_2O , δ [ppm]): δ =1,65 (2H), 1,88 (4H), 3,10 (6H), 3,34 (4H).

^{13}C NMR (D_2O , δ [ppm]): δ = 22,4; 23,0; 53,9; 162,0 (HCO_3^-).

Příklad 5

NN-Dimethylpiperidiniumnatriumdekaboráthexahydrát ([N,N-dimet-

10.10.00

hylpiperidinium]⁺ [B₁₀NaO₁₆] x 7 H₂O) - sloučenina č. 1.1

Za stálého míchání 22,4 g (362 mmol) kyseliny borité (99,8% čistoty), 24,2 g (35,8 mmol) N,N-dimethylpiperidinium-hydroxidu v podobě 19,6% vodného roztoku a 2,87 g hydroxidu sodného v podobě 50% vodného roztoku (35,9 mmol) se přidá do 150 ml destilované vody. Po míchání se směs odstřeďuje až do získání čirého roztoku přibližně 1 hodinu. Po odpaření vody ve vakuu se pevný zbytek suší další dva dny ve vakuu při teplotě 40 °C.

K potvrzení navrhovaného molekulárního složení a vzorce se surový materiál analyzuje. Materiál obsahuje 6 dílů vody jako strukturně borem vázaného hydrátu (zpravidla jako hydroxylové skupiny) nebo krystalické hydráty (skupiny volné vody) (například Hollemann-Wiberg, "Lehrbuch der Anorg. Chemie" 81.-90. vydání, str. 631).

Výsledky:

1) Elementární analýza v %

	C	H	N
vypočteno:	13,4	4,8	2,2
nalezeno:	13,5	4,6	2,1

2) Analýza FID v %

	B	Na
vypočteno:	17,2	3,7
nalezeno:	17,8	3,5

3) Analýza kationtu [N,N-dimethylpiperidiniál]⁺

vypočteno:	18,7 %
nalezeno:	17,9 %

4) Hygrospičnost sloučeniny 1.1 v porovnání s mepiquátchlori-

dem:

Obě sloučeniny se suší ve vakuu 48 hodin při teplotě 40 °C na konstantní suchou hmotnost. Jednogramové vzorky (dvě série po 3 vzorcích a středních hodnotách) se uloží za 50 až 60% relativní vlhkosti vzduchu po dobu dvou 2 a/nebo čtyř týdnů. Zjistí se následující výsledky relativního zvýšení obsahu vody (%):

relativní vlhkost	50%		60%	
	2 týdny	4 týdny	2 týdny	4 týdny
mepiquátchlorid	52	58	71	78
sloučenina 1.1	4,1	x	7,8	x

x neměřeno

5) Hodnota pH ve vodě při 1% koncentraci 6,78

6) Krysatalizační a rekrystalizační zkoušky:

Jak je shora popsáno, vede rychlé odpaření vody ve vakuu k amorfní sloučenině č. 1.1 podle navrženého vzorce, zatímco pomalá krystalizace za tlaku okolí a pomalé samovolné odpařování vody surového koncentrátu reakčního produktu vede k velkým krystalům, které se analyzují rtg. paprsky.

Za podmínek pomalé následné krystalizace a rekrystalizace se získá směs 1:1 poměrně velkých krystalů pentaborátu sodného a mequipátpentaborátu.

A) Pentaborát sodný: $B_{10}Na_2O_{16} \times 10 H_2O$ - sloučenina 1.1a
(ref. CAS poř.č. 12007-92-0, synonym $B_5NaO_8 \times 5 H_2O$)

Struktura je potvrzena rtg. analýzou a je charakterizována následujícími krystalovými parametry:

hmotnost formulace: 590,24.

krystalická soustava: monoklinická,

prostorová skupina C2/2,

rozměry elementární buňky:

$a = 1105,71 (11) \text{ pm}$, $\alpha = 90^\circ$,

$b = 1638,5 (2) \text{ pm}$, $\beta = 112,757 (8)^\circ$,

$c = 1355,13 (9) \text{ pm}$, $\tau = 90^\circ$,

objem, z : $2,2640 \text{ nm}^3$,

hustota (vypočtená) $1,732 \text{ Mg/m}^3$

B) Dihydrát N,N-dimethylpiperidumpentaborátu - sloučenina 1.1b
 $[\text{N,N-dimethylpiperidium}]^+ [\text{B}_5\text{O}_8]^- \times 2 \text{ H}_2\text{O}$

Struktura je potvrzena rtg. analýzou. Struktura vykazuje stejný spiro typ aniontového pentaborátu jako pentaborát sodný. Oddělené krystaly se suší dva dny při teplotě 150°C a jsou chrakterizovány následujícími krystalovými parametry:

hnotnost formulace: 332,29,

krystalická soustava: triklinická,

prostorová skupina: P1,

rozměry elementární buňky:

$a = 932,6 (2) \text{ pm}$, $\alpha = 96,063 (11)^\circ$,

$b = 938,57 (14) \text{ pm}$, $\beta = 102,48 (2)^\circ$,

$c = 1846,7 (4) \text{ pm}$, $\tau = 96,50 (2)^\circ$,

objem z : $1,5540 (5) \text{ nm}^3$,

hustota (vypočtená): $1,42 \text{ Mg/m}^3$.

Příklad 6

$[\text{Dimethylpiperidium}]_2^{2+} [\text{B}_{18}\text{Na}_2\text{O}_{29}]^{2-} \times 8 \text{ H}_2\text{O}$ - sloučenina 1.2

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 9 dílů kyseliny borité (obchodně dostupný produkt společnosti Merck Darmstadt, Německo) čistoty 99,8%, CAS pořadové č. 10043-35-3) a 1 díl hydroxidu sodného. Sloučenina se analyzuje stejným způsobem jako sloučenina 1.1 podle příkladu 5 elementární analýzou s následujícími výsledky:

1) Analýza v %	C	H	N	B	Na	Cl
vypočteno:	16,6	4,5	2,6	18,1	4,3	0,000
nalezeno:	15,8	4,7	2,6	17,8	3,9	0,088

2) Vzhled:

sklovitá pevná látka

3) Hygroskopičnost:

4 týdny při 50% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 5,2 % vody

4 týdny při 60% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 7,0 hm.% vody

4) Hodnota Ph VE VODĚ PŘI 1% KONCENTRACI 7,4

Příklad 7

$[\text{Dimethylpiperidinium}]_2^{2+} [\text{B}_{12}\text{Na}_4\text{O}_{21}]^{2-} \times 20 \text{ H}_2\text{O}$ - sloučenina 1.3

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 2 díly kyseliny borité, 1 díl boraxu (obchodně dostupný produkt společnosti Riedel de Haen, čistoty 99,5%, CAS pořadové č. 1303-96-4 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10 \text{ H}_2\text{O}$). Sloučenina se analyzuje stejným způsobem jako sloučenina 1.1 podle příkladu 5 e-

10.10.00

lementární analýzou s následujícími výsledky:

1) Analýza v %	C	H	N	B	Na	Cl
vypočteno:	14,7	6,3	2,4	11,3	8,0	0,000
nalezeno:	14,6	6,4	2,6	11,6	8,0	0,013

2) Vzhled:

krystalický

3) Hydroskopičnost:

4 týdny při 50% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 13,6 % vody

4 týdny při 60% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 28,8 % vody

Příklad 8

$[\text{Dimethylpiperidinium}]^+ [\text{B}_9\text{C}_{27,6}\text{H}_{50,6}\text{Na}_{0,8}\text{O}_{39,7}]^- \times 8 \text{ H}_2\text{O}$ -
sloučenina 1.4

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 9 dílů kyseliny borité, 2,3 díly sacharózy, 0,8 dílů hydroxidu sodného. (Připomíná se, že k dosažení hodnot pH přibližně 7 výsledných formulací se použije nestechiometrických molárních podílů výchozích látek, případně hydroxidu sodného; to vede rovněž k nestechiometrickému shora uvedenému vzorci.) Sloučenina se analyzuje stejným způsobem jako sloučenina 1.1 podle příkladu 5 elementární analýzou s následujícími výsledky:

1) Analýza v %	C	H	N	B	Na	Cl
vypočteno:	29,8	5,9	1,7	7	1,3	0,000
nalezeno:	29,2	5,9	0,9	7	1,3	0,031

2) Vzhled:

krystalický

3) Hydroskopičnost:

neměřena

Příklad 9

[Dimethylpiperidium]⁺ [B₈(NH₄)_{0,3}O_{12,7}]⁻ x 4 H₂O (navržený vzorec podle analýzy) - sloučenina 1.5

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 8 dílů kyseliny borité, 0,3 dílů hydroxidu amonného. (Stejně jako podle příkladu 6 nestechiometrické molární podíly výchozích látek, zvláště hydroxidu amonného, se používají k získání hodnoty pH 7 získané formulace; to vede dobře ke shora uvedenému nestechiometrickému vzorci). Sloučenina se analyzuje stejným způsobem jako sloučenina 1.1 podle příkladu 5 elementární analýzou s následujícími výsledky:

1) Analýza v %	C	H	N	B	Na	Cl
vypočteno:	17,4	5,5	6,7	18,0	0,0	0,000
nalezeno:	17,3	5,6	4,2	17,6	0,01	0,015

2) Vzhled:

krystalický

3) Hydroskopičnost:

4 týdny při 50% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 0,4 % vody

4 týdny při 60% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 0,6 % vody

4) Hodnota pH ve vodě při 1% koncentraci 6,8

Příklad 10

$[\text{Dimethylpiperidium}]^+ [\text{B}_9\text{Na}_{0,9}\text{O}_{14,5}]^- \times 6 \text{ H}_2\text{O}$ - sloučenina 1.6

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 9 dílů kyseliny borité, 0,9 dílů hydroxidu sodného. (Jako podle příkladu 6 se k dosažení hodnoty pH přibližně 7 výsledných formulací použije obzvláště hydroxidu sodného; to vede dobře ke shora uvedenému nestechiometrickému vzorci.) Sloučenina se analyzuje stejným způsobem jako sloučenina 1.1 podle příkladu 5 elementární analýzou s následujícími výsledky:

1) Analýza v %	C	H	N	B	Na	Cl
vypočteno:	14,7	4,9	21,4	17,0	3,6	0,000
nalezeno:	14,4	4,7	21,4	17,6	3,9	0,099

2) Vzhled:

amorfní

3) Hygroskopičnost:

4 týdny při 50% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 2,7 % vody

4 týdny při 60% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 9,0 % vody

4) Hodnota pH ve vodě při 1% koncentraci 7,1

Příklad 11

$[\text{Dimethylpiperidium}]^+ [\text{B}_{6,4}\text{Na}_{0,3}\text{O}_{10,3}]^- \times 4 \text{ H}_2\text{O}$ - sloučenina 1.7

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 6,4 díly kyseliny borité, 0,3 dílů hydroxidu sodného. (Jako v příkladu 6 se k dosažení hodnoty pH přibližně 7 vý-

sledných formulací použije obzvláště hydroxidu sodného; to vede dobře ke shora uvedenému nestechiometrickému vzorci). Sloučenina se analyzuje stejným způsobem jako sloučenina 1.1 podle příkladu 5 elementární analýzou s následujícími výsledky:

1) Analýza v %	C	H	N	B	Na	Cl
vypočteno:	19,7	5,6	3,3	16,2	1,6	0,000
nalezeno:	19,7	5,4	3,3	16,5	1,6	0,046

2) Vzhled:

amorfní

3) Hygroskopičnost:

4 týdny při 50% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 1,9 % vody

4 týdny při 60% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 4,1 % vody

Příklad 12

$[\text{Dimethylpiperidinium}]^+ [\text{B}_9\text{C}_9\text{H}_{36}\text{Na}_{0,8}\text{O}_{23,4}]^- \times 5 \text{ H}_2\text{O}$ -
sloučenina 1.8

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 9 dílů kyseliny borité, 0,8 dílů hydroxidu sodného, 4,5 dílů ethylenglykolu. (Jako podle příkladu 6 se k dosažení hodnoty pH přibližně 7 výsledných formulací použije obzvláště hydroxidu sodného; to vede dobře ke shora uvedenému nestechiometrickému vzorci.) Sloučenina se analyzuje stejným způsobem jako sloučenina 1.1 podle příkladu 5 elementární analýzou s následujícími výsledky:

1) Analýza v %	C	H	N	B	Na	Cl
vypočteno:	22,9	7,4	1,7	11,6	2,2	0,000

nalezeno: 23,2 6,3 1,7 11,7 1,90 0,046

2) Vzhled:

sklovitý

3) Hygroskopičnost:

neměřena

4) Hodnota pH ve vodě při 1% koncentraci: neměřena

Příklad 13

N,N-Dimethylpiperidumpentabotát dihydrát semihydrát

$[(N,N\text{-Dimethylpiperidium})^+ [B_5O_6]^- \times 2,5 H_2O)$ - sloučenina 1.9

Uvedená sloučenina se připraví stejným způsobem jako sloučenina 1.1 ze stejných výchozích látek v následujících relativních molárních množstvích: 1 díl dimethylpiperidiniumhydroxidu, 5 dílů kyseliny borité. Pro analýzu se nechá vzorek surového materiálu vykrystalovat při teplotě místnosti za samovolného odpařování vody. Výsledné krystaly se izolují filtrací a vysuší se při teplotě místnosti.

Struktura sloučeniny se potvrdí rtg. analýzou. Je identická s 1.1b, avšak jedna přídatná molekula vody je začleněna dvěma krystalovými jednotkami; to vede k následnému vzorci:

$[N,N\text{-dimethylpiperidium}]^+[B_5O_6]^- \times 2,5 H_2O$.

1) Vzhled:

krystalický, teplota tání $>400^\circ C$, významné snížení hmotnosti $>10\%$ při teplotě $>200^\circ C$ vzhledem ke kondenzaci pentaborátového aniontu.

2) Hygroskopičnost:

4 týdny při 50% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 0,4 % vody

4 týdny při 60% relativní vlhkosti vzduchu:

absorpce 0,6 % vody

Příklad 14 (Korozní pokusy)

Porovnání mepiquátchloridu (A) se směsí (B) mepiquátchloridu s dinatriumoktaboráttetrahydrátem (Solubor^R) a s mequipátpentaborátem (C) (sloučenina 1.9) podle příkladu 13.

Testy se provádějí normalizovaným způsobem podle normy DIN (Deutsche Industrie Norm) č. 52168, díl 1, z listopadu 1981, avšak s použitím upravených ocelových destiček.

Korozní testy se provádějí se třemi různými formulacemi připravenými jak dále uvedeno. Každá se zkouší s různým typem oceli jak dále uvedeno.

První formulace označená v následující tabulce jako "mepiquátchlorid" je 8,33% vodný roztok mepiquátchloridu připravený zředěním 600 g/l mepiquátchloridového předkoncentrátu. Druhá formulace označená "mepiquátchlorid plus borátová sůl" se připraví přidáním 15% dinatriumoktaboráttetrahydrátu do stejného 8,33% vodného roztoku mepiquátchloridu jako bylo použito v první formulaci.

Třetí formulace označená v následující tabulce jako "mepiquátpentaborát" se připraví ze sloučeniny 1.9 podle příkladu 13 zředěním vodou k získání hmotnostně 12% vodného roztoku mepiquátpentaborátu.

Všechny uvedené formulace obsahují stejné množství mepiquátového kationtu.

Množství půl litru každé formulace se vnese do polyethy-

lenových kontejnerů (10 cm x 10 cm x 12 cm (výška)). Do každého kontejneru se vloží dvě série ocelových destiček 12x5 cm² (tloušťka 0,2 cm).

Modifikovaným způsobem podle normy DIN se připraví ocelové destičky přídatně s oxyacetylenem ožehnutou plochou širokou přibližně 5 až 7 mm, vodorovně uprostřed ocelové destičky.

Ožehnuté plochy se umístí pod povrch roztoku. (Záměrem této modifikace testu je simulovat závažnější korozní a ohrožující situaci).

Destičky jsou v takové poloze, že přibližně 1/3 je ve styku se vzduchem. Po 14 dnech se ocelové destičky zkoumají, omyjí a vyčistí a zváží se podle uvedené normy DIN.

Výsledky: Z dále uvedených výsledků korozních testů (založených hlavně na ztrátě hmotnosti materiálu g/m²) je patrné, že "mepiquátpentaborát" je nekorozivní materiál (série testů 1 a 2).

Série testů 1

Ocel typu St 37

Formulace	Výchozí	Konečná	Rozdíl	Koroze	Hodnoty pH	
	hmotnost	hmotnost			počáteční	konečná
	g	g	g	g/cm ²		
mepiquátchlorid ¹	95,2394	94,9213	0,3181	35,34	7,67	7,96
mepiquátchlorid + borátová sůl ²	95,3464	95,1032	0,2432	27,02	7,33	7,55
mepiquátpentaborát ³	96,7572	96,7424	0,0148	1,64	7,40	7,43

Poznámky týkající se vzhledu výsledných formulací:

¹ žlutý nebo oranžový roztok, zakalený, sedimentace

² podobný jako ¹

³ čirý roztok, téměř bezbarvý, bez sedimentace

Série testů 2

Ocel typu St 13

Formulace	Výchozí	Konečná	Rozdíl	Koroze	Hodnoty pH	
	hmotnost	hmotnost			počáteční	konečná
	g	g	g	g/cm ²		
mepiquátchlorid ¹	92,4708	92,2512	0,2196	24,4	7,67	8,34
mepiquátchlorid + borátová sůl ²	92,0985	91,9047	0,1938	21,53	7,33	7,46
mepiquátpentaborát ³	93,2139	93,2132	0,0007	<0,1	7,40	7,43

Poznámky týkající se vzhledu výsledných formulací:

¹ žlutý nebo oranžový roztok, zakalený, sedimentace

² podobný jako ¹

³ čirý roztok, téměř bezbarvý, bez sedimentace

Příklad 15 (formulace)

Následující tři receptury popisují nové suspenzní koncentráty s kyselinou boritou, boraxem a mepiquátpentaborátem jako výchozími látkami. Formulace vykazují poměr >1:30 mepiquátu a boru. Ve všech formulacích je množství mepiquátového kationtu 32 g/l.

Příklad 15a

Do 232,9 g 15,8% vodného roztoku hydroxidu mepiquátu (0,28

mol) se přidá směs 182 g kyseliny borité (2,94 mol) a 561,4 g boraxu ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10 \text{ H}_2\text{O}$, 1,47 mol) laboratorním dávkovačem za míchání. Po 10 minutách se přidá 16,6 g předkoncentrátu Kelsan Sx (2% ve vodě) a 288,8 g destilované vody.

Směs se míchá přibližně po dobu jedné hodiny. Výsledný suspenzní koncentrát je stálý, bezbarvý, homogenní a je vhodný pro přímé použití jako tanková směs za úplného rozpuštění všech složek.

Poměr 1:32 mepiquátu k boru je potvrzen iontovou chromatografií a elementární analýzou.

Příklad 15b

Stejným způsobem jako podle příkladu 15a se připraví suspenzní koncentrát za použití následujících výchozích látek v množstvích: 232,9 g 15,8% vodného roztoku mepiquáthydroxidu (0,28 mol), 544,1 g kyseliny borité (8,80 mol), 76,64 g Soluboru^R (0,23 mol), 16,6 g Kelsanu Sx (jako 2% předkondenzátu ve vodě) a 323,05 g destilované vody.

Poměr 1:38 mepiquátu k boru je potvrzen iontovou chromatografií a elementární analýzou.

* Kelzan S je xanthanová klovatina, obchodní produkt společnosti Kelco/Montano Performance Materials a používá se jako zahušťovadlo

Příklad 15c

Stejným způsobem jako podle příkladu 15a se připraví suspenzní koncentrát za pomoci následujících výchozích látek v množstvích: 98,35 mepiquátpeptaborátu (0,28 mol) podle příkladu 13, 383,2 g Soluboru ($\text{Na}_2\text{B}_8\text{O}_{13} \times 4 \text{ H}_2\text{O}$) (registrační

číslo CAS 12608-41-2) (1,14 mol), 16,6 g Kelsanu S* (jako 2% předkondenzátu ve vodě) a 704 g destilované vody.

Poměr 1:32,5 mepiquátu k boru je potvrzen iontovou chromatografií a elementární analýzou.

* Kelzan S je xanthanová klovatina, obchodní produkt společnosti Kelco/Montano Performance Materials a používá se jako zahušťovadlo

Příklad 16 (biologické testy)

Ve srovnání s mepiquátchloridem není žádné snížení biologické aktivity nových borátových sloučenin mepiquátu. Jak vyplývá z následujících tabulek, jsou některé borátové sloučeniny dokonce aktivnější, pokud jde o zkrácení prodloužení výhonků bavlníkových rostlin.

Následující formulace D a J jsou použity v pokusech "a" až "e". Formulace H zahrnující pouze mepiquátchlorid je použito jako standardu.

Formulace J je roztok rozpuštěné sloučeniny 1.1b nebo 1.9 ve vodě a formulace F je roztok sloučeniny 1.2.

10.10.00

Recepty formulací g/l

	D	E	F	G	H	I ¹	J ¹
mepiquáthchlorid použitý jako koncentrát 627,8 g/l	-	-	-	-	42,2	-	-
mepiquáthhydroxid 18,67% (ve vodě)	197,08	197,08	197,8	197,8	-	394,2	393,9
kyselina boritá	121,8	34,8	174,8	17,4		139,3	173,9
borax	53,84	-	-	-	-	-	-
Solubor ^B	-	156,4	-	-	-	-	-
kys. citronová (0,33 mol)	-	-	-	19,68	-	-	-
hydroxid sodný 50% (ve vodě)	-	-	44,96	-	-	-	-
destilovaná voda do 1000 ml	688	696	685	772	958	523	489
analýza a jiné parametry:							
mepiquátkationt (nalezený)	32,6	30,5	33,4	31,2	32	62,8	64
mepiquátkationt (vypočtený)	32	32	32	32	32	32	64
mol bóru na litr	2,53	2,81	2,53	0,28	-	4,49	2,81
poměr (molové díly) mepiquát:bór:sodík	1:9:1	1:10:2	1:9:1	1:1:0		1:4:0	1:5:0
hustoty: g/ml	1,071	1,084	1,100	1,006	1,0	1,056	1,057

¹ Zde je použito zdvojené koncentrace mepiquátkationtu
 Pokus a

Porovnává se snížení délky výhonu pšenice ("Ralle") různými
 borátovými formulacemi mepiquátu ve srovnání s mepiquátchlori-
 dem

Prostředek	Dávka mepiquátu [g kationt/ha]	Délka výhonu [% kontroly]
------------	-----------------------------------	------------------------------

Mepiquátchlorid

= H

500	74
1000	67
1500	69
2000	66

D

500	83
1000	76
1500	76
2000	74

E

500	76
1000	80
1500	73
2000	73

F

500	77
1000	73
1500	74
2000	72

G

500	76
1000	72

10.10.00

	1500	68
	2000	64
J	1000	70
	2000	63

* Rostliny pěstované ve skleníku. Postřik 750 l/ha vodným roztokem při délce výhonu 16 cm. Vyhodnocení provedeno 20 dní po ošetření při délce výhonu bavlníkových rostlin 55 cm.

Pokus b

Snížení délky výhonu bavlníku ("Delta Pine") různými borátovými formulacemi mepiquátu ve srovnání s mepiquátchloridem [dávka mepiquátu = 250 g kationt/ha]*

Prostředek	Délka výhonu [% kontroly]
------------	------------------------------

Mepiquátchlorid

= H	58
D	63
E	56
F	55
G	58

* Rostliny pěstované ve skleníku. Postřik 400 l/ha vodným roztokem při délce výhonu 23 cm. Vyhodnocení provedeno 27 dní po ošetření při délce výhonu bavlníkových rostlin 53 cm.

Pokus c

Snížení délky výhonu bavlníku ("Delta Pine") různými borátovými formulacemi mepiquátu ve srovnání s mepiquátchloridem*

Prostředek	Dávka mepiquátu [g kationt/ha]	Délka výhonu [% kontroly]
Mepiquátchlorid		
= H	25	79
	50	74
	100	77
	200	81
D	25	74
	50	74
	100	77
	200	68
E	25	77
	50	79
	100	75
	200	69
F	25	80
	50	73
	100	72
	200	68
G	25	83
	50	80
	100	74
	200	60
I	50	75
	100	71
	200	73

* Rostliny pěstované ve skleníku. Postřik 400 l/ha vodným roztokem při délce výhonu 25 cm. Vyhodnocení provedeno 20 dní po ošetření při délce výhonu bavlníkových rostlin 37 cm.

Pokus d

Snížení délky výhonu bavlníku ("Delta Pine") různými borátovými formulacemi mepiquátu ve srovnání s mepiquátchloridem *

Prostředek	Dávka mepiquátu [g kationt/ha]	Délka výhonu [% kontroly]
Mepiquátchlorid		
= H	25	85
	50	84
	100	76
	200	76
E	25	84
	50	(68)
	100	75
	200	77
J	25	91
	50	80
	100	73
	200	76

* Rostliny pěstované ve skleníku. Postřik 400 l/ha vodným roztokem při délce výhonu 25 cm. Vyhodnocení provedeno 21 dní po ošetření při délce výhonu bavlníkových rostlin 40 cm.

Pokus e

Snížení délky výhonu bavlníku ("Delta Pine") různými borátovými formulacemi mepiquátu ve srovnání s mepiquát-

10.10.00

chloridem *

Prostředek	Dávka mepiquátu [g kationt/ha]	Délka výhonu [% kontroly]
------------	-----------------------------------	------------------------------

Mepiquátchlorid

= H	25	76
	50	77
	100	79
	200	74

E	25	79
	50	71
	100	74
	200	70

J	25	79
	50	74
	100	74
	200	73

* Rostliny pěstované ve skleníku. Postřik 400 l/ha vodným roztokem při délce výhonu 20 cm. Vyhodnocení provedeno 14 dní po ošetření při délce výhonu bavlníkových rostlin 38 cm.

Pokus f

Snížení délky výhonu bavlníku ("Delta Pine") různými borátovými formulacemi mepiquátu ve srovnání s mepiquátchloridem *

Prostředek	Dávka mepiquátu [g kationt/ha]	Délka výhonu [% kontroly]
------------	-----------------------------------	------------------------------

Mepiquátchlorid

= H	25	82
-----	----	----

10.10.00

	50	80
	100	78
	200	81
Příklad 15a	25	83
	50	81
	100	78
	200	73
Příklad 15b	25	80
	50	75
	100	76
	200	77
Příklad 15c	25	84
	50	77
	100	73
	200	74

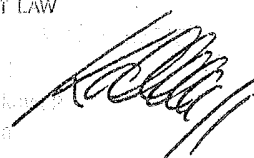
* Rostliny pěstované ve skleníku. Postřik 400 l/ha vodným roztokem při délce výhonu 30 cm. Vyhodnocení provedeno 21 dní po ošetření při délce výhonu bavlníkových rostlin 43 cm.

Vynález je popsán značně podrobně s odkazem na výhodná provedení. Jsou však možné četné varianty a modifikace v rámci rozsahu vynálezu podrobně popsaného a definovaného v patentových nárocích.

Technická využitelnost vynálezu

Snadná příprava z technického mepiguátchloridu například elektrochemickými iontovými výměnnými způsoby nebo kvarternizací za použití N-methylpiperidinu a dimethylkarbonátu jakožto výchozích látek mepiguátových prostředků k regulaci růstu rostlin se zlepšenými charakteristikami hygroskopičnosti a korozivity.

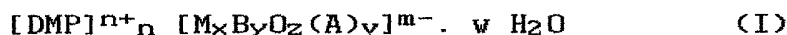
PRIN KALENOSKY
ATTORNEY AT LAW



10.10.00

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Zemědělsky účinný prostředek, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje sloučeninu obecného vzorce I



kde znemaná

DMP N,N-dimethylpiperidinium,

M kation zemědělsky přijatelného kovu, atom vodíku nebo skupinu NH_4 ,

B atom boru,

O atom kyslíku,

A chelatotvorný nebo komplexotvorný podíl spojený alespoň s jedním atomem boru nebo jiný zemědělsky přijatelný kation,

m a n stejné celé číslo 1 až 6,

x celé číslo nebo zlomek 0 až 10,

y celé číslo nebo zlomek 1 až 48,

z celé číslo nebo zlomek 0 až 48,

v celé číslo nebo zlomek 0 až 24,

w celé číslo nebo zlomek 0 až 24.

2. Zemědělsky účinný prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje sloučeninu obecného vzorce I, kde znamená x nulu a ostatní symboly mají v nároku 1

uvedený význam.

3. Zemědělsky účinný prostředek podle nároku 1, v y z n a -
č u j í c í s e t í m , že obsahuje sloučeninu obecného
vzorce I, kde znamená x celé číslo nebo zlomek vyšší než 0 až
10 a ostatní symboly mají v nároku 1 uvedený význam.

4. Zemědělsky účinný prostředek podle nároku 1 až 3, v y -
z n a č u j í c í s e t í m , že sloučenina obecného
vzorce I obsahuje 2 až 20 molárních ekvivalentů boru na 1 mo-
lární ekvivalent N,N-dimethylpiperidiniového deriváty.

5. Zemědělsky účinný prostředek podle nároku 4, v y z n a -
č u j í c í s e t í m , že sloučenina obecného vzorce I
obsahuje 2 až 10 molárních ekvivalentů boru na 1 molární ekvi-
valent N,N-dimethylpiperidiniového deriváty.

6. Zemědělsky účinný prostředek podle nároku 5, v y z n a -
č u j í c í s e t í m , že sloučenina obecného vzorce I
obsahuje 3 až 10 molárních ekvivalentů boru na 1 molární ekvi-
valent N,N-dimethylpiperidiniového deriváty.

7. Sloučenina obecného vzorce I podle nároku 1 až 3 připra-
vitelná reakcí 1 až 20 molárních ekvivalentů vhodné sloučeniny
boru na jeden molární ekvivalent N,N-dimethylpiperidiniumhyd-
roxidu, N,N-dimethylpiperidiniumuhličitanu a/nebo N,N-dimet-
hylpiperidiniumhydrogenuhličitanu.

8. Způsob přípravy sloučenin obecného vzorce I podle náro-
ku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechá re-
agovat N,N-dimethylpiperidiniumhydroxid s kyselinou boritou a/
nebo s oxidy obsahujícími bor a popřípadě s hydroxidy, oxidy,
uhličitany, hydrogenuhličitany zemědělsky přijatelných kovů
nebo s hydroxidem, uhličitanem nebo hydrogenuhličitanem amon-
ným a popřípadě s chelátem nebo s komplexotvorným podílem A.

9. Způsob podle nároku 8, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechá reagovat N,N-dimethylpiperidiniumhydroxid s kyselinou boritou, s oxidy obsahujícími bor a popřípadě s hydroxidy, oxidy, uhličitany, hydrogenuhličitany zemědělsky přijatelných kovů nebo s hydroxidem, uhličitanem nebo hydrogenuhličitanem amonným.

10. Způsob přípravy sloučenin obecného vzorce I podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechá reagovat N,N-dimethylpiperidiniumhydrogenuhličitan nebo N,N-dimethylpiperidiniumuhličitan s kyselinou boritou a/nebo s oxidy obsahujícími bor a popřípadě s hydroxidy, oxidy, uhličitany, hydrogenuhličitany zemědělsky přijatelných kovů nebo s hydroxidem, uhličitanem nebo hydrogenuhličitanem amonným a popřípadě s chelátem nebo s komplexotvorným podílem A.

11. Způsob podle nároku 10, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechá reagovat N,N-dimethylpiperidiniumhydrogenuhličitan nebo N,N-dimethylpiperidiniumuhličitan s kyselinou boritou, s oxidy obsahujícími bor a popřípadě s hydroxidy, oxidy, uhličitany, hydrogenuhličitany zemědělsky přijatelných kovů nebo s hydroxidem, uhličitanem nebo hydrogenuhličitanem amonným.

12. Způsob elektrochemické přípravy sloučenin obecného vzorce I podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechají reagovat N,N-dimethylpiperidiniové soli bipolární elektrodialýzou v přítomnosti vody a kyseliny borité a/nebo oxidů obsahujících bor a popřípadě v přítomnosti hydroxidů, oxidů, uhličitanů, hydrogenuhličitanů zemědělsky přijatelných kovů nebo hydroxidu, uhličitanu nebo hydrogenuhličitanu amonného a popřípadě v přítomnosti chelátu nebo komplexotvorného podílu A.

13. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechají reagovat kyselina boritá a/nebo oxidy obsahující bor a popřípadě hydroxidy, oxidy, uhličitany, hyd-

roguhličitany zemědělsky přijatelných kovů nebo hydroxid, uhličitán nebo hydrogenuhličitán amonný.

14. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se jako reakční činidlo používá kyselina boritá.

15. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se používá dvouokruhové elektrodialyzační zařízení, sestávající ze střídavě uspořádaných bipolárních membrán a anexových membrán.

16. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se ve dvouokruhovém elektrodialyzačním zařízení, sestávajícím ze střídavě uspořádaných bipolárních membrán a anexových membrán, podrobují bipolární elektrodialýze N,N-dimethylpiperidiniové soli v přítomnosti kyseliny borité a/nebo oxidů obsahujících bor a popřípadě v přítomnosti hydroxidů zemědělsky přijatelných kovů, přičemž jednomocné anionty selektivně procházejí anexovou membránou působením elektrického pole, zatímco kationty a několikamocné anionty neprocházejí.

17. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se jako výchozí látky používá N,N-dimethylpiperidiniumhalogenidu.

18. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se používá proudu hustoty 1 až 14 A/dm².

19. Způsob elektrochemické přípravy N,N-dimethylpiperidiniumhydroxidu, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se nechají reagovat N,N-dimethylpiperidiniové soli bipolární elektrodialýzou v přítomnosti vody.

20. Způsob podle nároku 19, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se ve dvouokruhovém elektrodialyzačním zařízení, sestávajícím ze střídavě uspořádaných bipolárních membrán a anexových membrán, podrobují bipolární elektrodialýze N,N-dimet-

hylpiperidiniové soli v přítomnosti vody, přičemž jednomocné anionty selektivně procházejí anexovou membránou působením elektrického pole, zatímco kationty neprocházejí.

21. Způsob podle nároku 19, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako výchozí látky používá N,N-dimethylpiperidiniumchloridu.

22. Způsob podle nároku 19, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se používá proudu hustoty 1 až 14 A/dm².

23. N,N-Dimethylpiperidiniumuhličitan.

24. N,N-Dimethylpiperidiniumhydrogenuhličitan.

25. Způsob přípravy N,N-dimethylpiperidiniumuhličitanu a/nebo N,N-dimethylpiperidiniumhydrogenuhličitanu , v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechá reagovat piperidin nebo N-methylpiperidin s dimethylkarbonátem.

26. Prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje hmotnostně maximálně 1 % halogenidových stop nebo nečistot, vztaženo na suchou hmotnost.

27. Prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje hmotnostně 0 až 60 % jiných účinných látek a/nebo povrchově aktivních činidel a/nebo jiných pomocných látek.

28. Suspenzní koncentrát, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje účinnou látku podle nároku 1 a zahušťovadlo.

29. Suspenzní koncentrát podle nároku 28, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje hmotnostně 30 až 90 % sloučeniny podle nároku 1, 0 až 50 % jiné účinné látky, 0 až 10 % zahušťovadla a/nebo povrchově aktivního činidla a/nebo jiné pomocné látky.

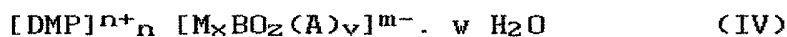
30. Suspenzní koncentrát, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje sloučeninu podle nároku 2 a zahušťovadlo.

31. Suspenzní koncentrát, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje hmotnostně 30 až 90 % sloučeniny obecného vzorce I podle nároku 1 a 0 až 10 % zahušťovadla.

32. Suspenzní koncentrát podle nároku 28, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje hmotnostně maximálně 1 % halogenidových stop nebo nečistot, vztaženo na suchou hmotnost.

33. Způsob regulace růstu rostlin, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se na rostliny nanáší prostředek podle nároku 1 v pevné formě nebo ve formě roztoku.

34. Suspenzní koncentrát, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje mepiquátmonoborátovou sůl obecného vzorce IV



kde znemaná

DMP N,N-dimethylpiperidinium (mepiquát),

M kation zemědělsky přijatelného kovu, atom vodíku nebo skupinu NH_4 ,

B atom boru,

O atom kyslíku,

A chelatotvorný nebo komplexotvorný podíl spojený alespoň s jedním atomem boru,

m a n stejné celé číslo 1 až 6,

x celé číslo nebo zlomek 0 až 10,

z celé číslo nebo zlomek 0 až 48,

v celé číslo nebo zlomek 0 až 24,

w celé číslo nebo zlomek 0 až 24,

a zahušťovadlo.

35. Suspenzní koncentrát podle nároku 34, v y z n a č u j í -
c í s e t í m, že obsahuje hmotnostně 30 až 90 % sloučení-
ny obecného vzorce IV, 0 až 50 % jiné účinné látky, 0 až 10 %
zahušťovadla a/nebo povrchově aktivního činidla a/nebo jiné
pomocné látky.

36. Suspenzní koncentrát, v y z n a č u j í c í s e
t í m, že obsahuje hmotnostně 30 až 90 % sloučeniny obecného
vzorce IV podle nároku 34 a 0 až 10 % zahušťovadla.

37. Suspenzní koncentrát podle nároku 34, v y z n a č u -
j í c í s e t í m, že obsahuje hmotnostně maximálně 1 %
halogenidových stop nebo nečistot, vztaženo na suchou hmotnost.

38. Způsob regulace růstu rostlin, v y z n a č u j í c í
s e t í m, že se na rostliny nanáší mepiquátmonoborátová sůl
obecného vzorce IV podle nároku 34 v pevné formě nebo ve formě
roztoku.

39. Způsob regulace růstu rostlin, v y z n a č u j í c í
s e t í m, že se na rostliny nanáší suspenzní koncentrát po-
dle nároku 34.

PETR KALENSIKY
ATTORNEY AT LAW

