

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

261689
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
A 01 N 37/10

(22) Prihlášené 12 10 87
(21) (PV 7358-87.J)

(40) Zverejnené 15 07 88

(45) Vydané 15 05 89

(75)

Autor vynálezu

POÓR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby selektívneho herbicídneho prípravku na báze MCPA,
fluorenolu a dicamby

1

2

Rieši sa polokontinuálny a/alebo kontinuálny spôsob výroby selektívneho herbicídneho prípravku na báze MCPA, dicamby a fluorenolu súčasnou neutralizáciou troch kyselín dimetylamínom alebo vodným roztokom dimetylamínu za miešania a chladenia reakčnej zmesi pri teplote 30 °C a pri pH $8 \pm 0,5$.

Vynález rieši spôsob výroby selektívneho herbicídneho prípravku na báze 2-metyl-4-chlór-fenoxycetovej kyseliny (MCPA), 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny (dicamba), 9-hydroxyfluorenkarboxylovej kyseliny (fluorenol), pričom MCPA, dicamba a fluorenol sú vo forme dimetylamínovej soli rozpustnej vo vodnom roztoku.

Kvapalný kombinovaný herbicídny prípravok na báze MCPA, dicamby a fluorenolu má rozšírené spektrum účinnosti na ničenie dvojklíčnych burín v obilninách bez podsevu, v porastoch tráv na seno, na lúkach a pasienkoch a v ovocných výsadbách jadier a kôstkovín. Podľa dosiaľ zaužívaných spôsobov výroby sa kombinovaný herbicídny prípravok na báze MCPA, dicamby a fluorenolu pripravoval nasledovne: 2-metyl-4-chlór-fenoxycetová kyselina sa neutralizovala vodným roztokom dimetylamínu, ktorého koncentrácia nepresiahla 40 % hmotnosti, pričom sa získala vodorozpustná dimetylamínová soľ kyseliny 2-metyl-4-chlór-fenoxycetovej kyseliny o obsahu 250 až 320 g/l roztoku. V druhom stupni sa 3,6-dichlór-2-metoxibenzoová kyselina neutralizovala vodným roztokom dimetylamínu, pričom sa získala dimetylamínová soľ 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny. V ďalšom stupni sa 9-hydroxyfluorenkarboxylová kyselina neutralizovala vodným roztokom dimetylamínu, pričom sa získal vodný roztok dimetylamínovej soli 9-hydroxyfluorenkarboxylovej kyseliny. V poslednom stupni sa jednotlivé vodné roztoky dimetylamínových solí MCPA, dimetylamínový roztok dicamby a dimetylamínový roztok fluorenolu miešali v požadovanom pomere účinných látok.

Výsledný produkt vodorozpustný kombinovaný herbicídny prípravok obsahoval spravidla 290 až 310 DMA soli MCPA, 22 až 25 g dimetylamínovej soli 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny a 40 až 50 g dimetylamínovej soli 9-hydroxyfluorenkarboxylovej kyseliny.

Je známy i spôsob výroby kombinovaného herbicídneho prípravku na báze MCPA, fluorenolu a dicamby, podľa ktorého sa do vodného roztoku dimetylamínovej soli MCPA za miešania pridá pri teplote 15 až 25 °C vodný roztok dimetylamínovej soli 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny a ďalej sa pridá vodný roztok dimetylamínu a ďalej sa nadávkuje 9-hydroxyfluorenkarboxylová kyselina, ktorá sa voľným dimetylamínom zneutralizuje na dimetylamínovú soľ.

Nevýhodou dosiaľ zaužívaných spôsobov výroby je, že umožňujú prípravu kombinovaného herbicídneho prípravku na báze MCPA, fluorenolu a dicamby s nízkym obsahom účinných látok, ktoré spravidla nepresiahnu spolu 480 g/l roztoku.

Ďalšou nevýhodou dosiaľ zaužívaného spôsobu výroby je, že kombinovaný herbicídny prípravok sa pripravuje v troch a viacerých stupňových neutralizáciách jednotlivých

komponentov kombinovaného herbicídneho prípravku, pričom po neutralizácii MCPA, dicamby a fluorenolu sa jednotlivé roztoky dimetylamínových solí MCPA, dicamby a fluorenolu miešajú vo vzájomných pomeroch.

Zistili sme, že spôsob výroby kombinovaného herbicídneho prípravku na báze MCPA, fluorenolu a dicamby možno zjednodušiť nasledovne: podľa predmetu vynálezu, ktorého podstatou je, že do vodného roztoku dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlór-fenoxycetovej kyseliny obsahujúcej voľný dimetylamín sa pridá 3,6-dichlór-2-metoxibenzoová kyselina a 9-hydroxyfluorenkarboxylová kyselina a obe kyseliny sa neutralizujú dimetylamínom vo vodnom roztoku dimetylamínovej soli MCPA. Neutralizácia sa uskutočňuje až do pH 7,5 — 8, pričom sa udržiava teplota max. 30 °C. Je výhodné do dimetylamínovej soli MCPA nadávkovať vopred dostatočné množstvo dimetylamínu tak, že po pridaní 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny (dicamby) a 9-hydroxyfluorenkarboxylovej kyseliny za miešania pri teplote 10 až 30 °C sa získa neutrálny vodný roztok kombinovaného herbicídneho prípravku na báze MCPA, fluorenolu a dicamby vo forme dimetylamínových solí.

Zistilo sa, že spôsob výroby kombinovaného herbicídneho prípravku na báze MCPA, fluorenolu a dicamby možno zjednodušiť. Podľa predmetu vynálezu, ktorého podstatou je súčasná neutralizácia 2-metyl-4-chlór-fenoxycetovej kyseliny, 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny a 9-hydroxyfluorenkarboxylovej kyseliny polokontinuálnym alebo kontinuálnym spôsobom dimetylamínom alebo vodným roztokom dimetylamínu za chladenia reakčnej zmesi na teplotu 30 °C pri automatickom sledovaní pH, ktoré je $8 \pm 0,5$.

Príklad 1 (Doposiaľ zaužívaný spôsob výroby)

Z odmerky sa postupne nadávkuje samospádom do neutralizačného kotla 2 730 litrov (3 112 kg) koncentrátnu vodného roztoku dimetylamínovej soli MCPA s obsahom $289 \pm 0,5$ % MCPA. Ďalej sa zo zásobníka načerpá do odmerky 140 l (166,5 kg) dicamby, t. j. vodného roztoku 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny vo forme dimetylamínovej soli obsahujúcej 480 g/l 3,6-dichlór-2-metoxibenzoovej kyseliny. Potom sa z odmerky 45 %-ného vodného roztoku dimetylamínu nepustí do neutralizačného kotla 60 l (53,45 kilogramu) vodného roztoku dimetylamínu a hneď sa cez násypku nadávkuje 135 kg fluorenolu, t. j. 9-hydroxyfluorenkarboxylovej kyseliny, ktorá sa voľným dimetylamínom neutralizuje za miešania pri teplote miestnosti na dimetylamínovú soľ 9-hydroxyfluorenkarboxylovej kyseliny na pH $8 \pm 0,5$. Výsledný produkt obsahuje 30 g/l MCPA, 22 g/l fluorenolu.

Príklad 2

Do neutralizačného kotla sa cez odmerku nadáva 45 %-ný vodný roztok dimetylamínu, spustí sa cirkulačné čerpadlo a cez amplikátor sa chladí reakčný roztok získaný neutralizáciou kyselín a dimetylamínov. Pre prvú násadu je potrebné pridať kyseliny MCPA, fluorenol i dicambu. Ďalší chod neutralizácie MCPA, fluorenolu a dicamby pre-

bieha nepretžite dávkovaním dimetylamínu alebo roztoku dimetylamínu a riadi sa podľa pH, vytekajú ako koncentráty dimetylamínových solí MCPA, dicamby a fluorenolu, pričom hodnota pH je $8 \pm 0,5$ a teplota 30 ± 2 °C. Zmesný koncentrát preteká do skladových zásobníkov a riedi sa vodou tak, aby obsah účinných látok vyhovoval predpisanej norme.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby selektívneho herbicídneho prípravku na báze MCPA, dicamby a fluorenolu vyznačený tým, že sa 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctová kyselina, 3,6-dichlór-2-metoxibenzoová kyselina a 9-hydroxyfluorenkarboxylová kyselina súčasne neutralizujú po-

lokontinuálnym alebo kontinuálnym spôsobom dimetylamínom za miešania a chladenia reakčnej zmesi na teplotu 28 až 32 °C pri automatickom sledovaní pH, ktoré je $8 \pm 0,5$.