



УКРАЇНА

(19) UA (11) 24793 (13) U
(51) МПК (2006)
A01N 25/14
A01N 25/00
A01N 47/36 (2007.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) ПРЕПАРАТ У ФОРМІ ЗМОЧУВАНОВОГО ПОРОШКУ ДЛЯ ЗАХИСТУ ПОСІВІВ ЦУКРОВИХ БУРЯКІВ ВІД БУР'ЯНІВ

1

2

(21) u200703328

(22) 28.03.2007

(24) 10.07.2007

(46) 10.07.2007, Бюл. № 10, 2007 р.

(72) Смолкова Надія Петрівна

(73) ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "ШТЕФЕС"

(57) Препарат у формі змочуваного порошку для захисту посівів цукрового буряку від бур'янів, що містить гербіцидно активну сполуку, змочувальний агент, сульфований диспергувальний агент та каолін як носій, який відрізняється тим, що як гербіцидно активну сполуку він містить трифлусульфурон-метил, як змочувальний агент - натрієву сіль додецилбензолсульфонової кислоти, як сульфований диспергувальний агент - натрієву сіль

N,N'-метиленбіс(нафталінсульфонової кислоти), а також додатково містить емульгатор - конденсат 4-нонілфенолу та етиленоксиду та силікагель як носій при наступному співвідношенні компонентів, мас. %:

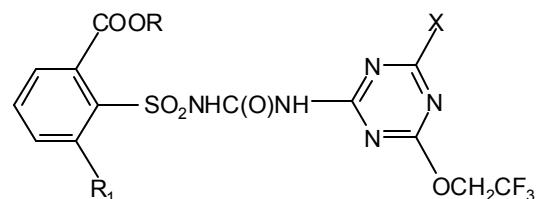
трифлусульфурон-метил	53,0-57,0
конденсат 4-нонілфенолу та етиленоксиду	7,0-9,0
натрієва сіль N,N'-метиленбіс(нафталінсульфонової кислоти)	3,0-5,0
натрієва сіль додецилбензолсульфонової кислоти	1,5-2,5
силікагель	5,0-7,0
каолін	26,0-28,0.

Дана корисна модель відноситься до сільсько-го господарства, зокрема до твердої препаративної форми у вигляді змочуваного порошку, що є здатним до диспергування у воді, яка містить гербіцидно активні компоненти, зокрема, такі, що відносяться до класу сульфонілсечовин, а саме трифлусульфурон-метил.

Заявлений препарат у формі змочуваного порошку може використовуватися у сільському господарстві, зокрема, для боротьби з бур'янами у посівах цукрових буряків. Вказана препаративна форма забезпечує підвищення ефективності обробки, а отже більш ефективний захист сільськогосподарських культур, а саме цукрових буряків, від бур'янів.

Сульфонілсечовини, що володіють гербіцидними властивостями, є описаними у різних літературних джерелах. Так, різноманітні сульфонілсечовини та, зокрема, трифлусульфурон-метил, є описаними у публікації Conference Proceedings "Fluoirne in Agriculture", 1995.

Трифлусульфурон-метил, що входить до складу запропонованої препаративної форми, представляє собою сполуку загальної формули



де R є C₁-C₄-алкілом,
R₁ представляє собою CH₃, CH₂CN, CH₂OCH₃, CH₂OCH₂CH₃, C₁-C₃-алкокси, CH₂F, CHFCH₃ або CF₂H.

X представляє собою NHCH₃ або N(CH₃)₂, за умови, що, якщо R₁ представляє собою OCH₂CH₃ або CH₂OCH₃, то R є відмінним від CH₃. Вказана сполука є ефективною, зокрема, у боротьбі з однорічними дводольними бур'янами.

Вказані сполуки були описані у патенті України №26336.

Проблема розробки препаративних форм для сульфонілсечовин є дуже актуальною, оскільки ефективність впливу гербіциду, зокрема, трифлусульфурон-метилу може бути значно підвищена за рахунок застосування конкретних пре-

(13) U

(11) 24793

(19) UA

паративних форм. При розробці препаративної форми гербіциду слід враховувати цілий ряд факторів, зокрема, хімічну природу конкретного гербіциду, що спричинює його фізико-хімічні властивості, особливості конкретної культури, спосіб обробки, тощо. Точність та рівень контролю над бур'янами залежить від факторів навколишнього середовища, таких, як температура, вологість повітря, світлове випромінювання, опади, тип ґрунту, що при зниженні ефективності може призвести до додаткової обробки або при передозуванні - до пошкодження корисних рослин. З літератури відомо, що препаративні форми, які містять сульфонілсечовини, зокрема, трифлусульфурон-метил, є проблематичними стосовно стабільності активної сполуки, оскільки діюча речовина може з часом розкладатися, а отже, не спостерігається бажаної гербіцидної активності.

Здебільшого сульфонілсечовини використовуються у вигляді концентрованої емульсії, що володіє яскраво вираженим гербіцидним ефектом. Так, з публікації WO0051427 є відомим використання PIT (phase inversion temperature) емульсій, що містять розчинний в олії пестицид (1-20 мас.%), неіонний емульгатор, який включає спиртовий етоксилат та гліцерид жирної кислоти (5-15 мас.%), неполярний розчинник (до 40 мас.%) та воду, для сульфонілсечовин, зокрема, для трифлусульфурон-метилу. Проте при підготовці концентрату емульсії не можна обійтися без процесів змішування з органічним розчинником. В результаті цього концентрат емульсії характеризується такими недоліками, як негативний вплив на навколишнє середовище та небезпека для користувача. Крім того, концентровані емульсії мають сильно виражений біологічний вплив і тому селективність їх впливу на культуру, зокрема, цукрові буряки, та бур'яни часто виявляється недостатньою.

З іншого боку, суспензійні концентрати представляють собою препарати, які надають можливості вирішити проблеми, притаманні концентратам емульсії. EP-A 0124295 розкриває стабільні водні композиції певних сульфонілсечовин, які одержують шляхом додання до водних суспензій активних інгредієнтів. У патенті EP 1204316 описуються суспензійні концентрати, які включають етер поліоксіетиленалкілу та активний інгредієнт, що може представляти собою, зокрема, трифлусульфурон. Проте за своєю ефективністю суспензійні концентрати поступаються концентратам емульсії щодо біологічного ефекту, що приводить до підвищення дози використовуваного препарату.

Крім того, концентрати суспензії часто виявляють тенденцію до седиментації активної сполуки, що у більшості випадків вважають причиною кристалізації активної сполуки.

Водорозчинні гранули та змочувані порошки дозволяють уникнути недоліків вказаних концентратів, проте, як правило, часто поступаються за своєю біологічною активністю концентрату емульсії та суспензійному концентрату, оскільки при зберіганні відбувається розкладання активної сполуки. Крім того, сульфонілсечовини, зокрема, трифлусульфурон-метил, є надзвичайно чутли-

вими до гідролізу.

Змочувані порошки представляють собою препарати, які рівномірно розподілені у воді та які, крім активної сполуки, також містять поверхнево-активні речовини іонного та неіонного типу (змочувальні агенти, диспергувальні агенти) разом з розріджувачем та інертною речовиною.

В процесі одержання твердих препаративних форм використовуються диспергувальні та змочувальні агенти, що можуть представляти собою солі лужних металів, наприклад, натрієві солі алкіларилсульфонатів, алкіларилсульфосукцинатів, алкілсульфатів, солі лужноземельних металів, амонійні солі ароматичних сульфонових кислот, наприклад, лігносульфонові кислоти, фенолсульфонові кислоти, нафталінсульфонові кислоти, та жирних кислот, алкілполіглікозиди, конденсати сульфонованого нафталіну та його похідних з формальдегідом, конденсати нафталіну або нафталінсульфонових кислот з фенолом та формальдегідом, поліетоксильовані алкілфеноли, поліетоксильовані жирні спирти, поліетоксильовані жирні аміни, алкілбензолсульфонати та інші.

Прийнятні носії представляють собою кремнезем, силікагель, силікати, тальк каолін, крейду, доломіт, сульфат кальцію, сульфат магнію, оксид магнію, добрива, такі, як сульфат амонію, фосфат амонію, нітрат амонію, тіосечовину та сечовину, продукти рослинного походження, такі, як борошно, одержане зі злакових культур, тирса, порошки целюлози та інші.

Як зв'язувальні агенти можуть використовуватися полівінілпіролідон, полівінілові спирти, частково гідролізований полівінілацетат, карбоксиметилцелюлоза, крохмаль, співполімери вінілпіролідону та вінілацетату та інші.

Завданням, що стоїть перед дослідниками при розробці препаративної форми, є підбір серед великої кількості можливих допоміжних агентів, які входять до складу композиції, таких, що узяті разом є особливо прийнятними для формування препаративної форми, яка містить дану активну сполуку, тобто такого складу препаративної форми, який забезпечить найбільш ефективний прояв корисних властивостей, притаманних даній активній сполуці.

Описаний у патенті України №75608 спосіб одержання твердої гербіцидної композиції для сульфонілсечовин або їх солей (зокрема, для трифлусульфурон-метилу) дає можливість у деякій мірі подолати вказані недоліки. Запропонована тверда препаративна форма містить гербіцид із групи сульфонілсечовин, які застосовуються у сільському господарстві, необов'язково ще один або декілька гербіцидів, необов'язково захисний засіб та допоміжні агенти. При цьому сульфонілсечовину необов'язково з одним або декількома гербіцидами, необов'язково захисним засобом та допоміжними агентами суспендують у воді, суспензію доводять до значення pH 6,5-8,0 та сушать з одержання твердої препаративної форми. Проте одержана композиція не є ефективною в процесі використання за рахунок неможливості одержання повного розчинення одержаної твердої препаративної форми.

Неповна або недостатня здатність до диспергування у воді гербіцидних гранул призводить до нерівномірного нанесення активного компоненту на вирощувані рослини, і, як наслідок, при цьому знижується пестицидна активність використовуваного препарату.

Найбільш близької до заявленого препарату у формі змочуваного порошку за хімічним складом препарату та щодо одержаного ефекту є патент України №39878. У вказаному патенті описана здатна до дисперсії у воді препаративна форма (у формі водорозчинних гранул або змочуваного порошку, яка включає ефективну кількість водорозчинного або гігроскопічного пестициду, яким може бути, зокрема, трифлусульфурон-метил, змочувальний агент, сульфований диспергувальний агент, що представляє собою лігносульфонову кислоту або натрієву сіль конденсату нафталінсульфокислоти та формальдегіду або суміш полівінілпіролідону з лігносульфоною кислотою або натрієвою сіллю конденсату нафталінсульфокислоти та формальдегіду, та носій. При цьому як носій вона містить синтетичний силікат кальцію, а також деламінований каолін як наповнювач. При цьому вказана композиція може представляти собою як водорозчинні гранули, так і змочуваний порошок, що містить активний інгредієнт. Запропонована композиція для препаративної форми володіє багатьма перевагами, проте не забезпечує високої ефективності обробки. Крім того, у більшості випадків конкретний гербіцид вимагає розробки специфічних препаративних форм. Вказана препаративна форма вибрана як прототип заявленої корисної моделі.

Задача даної корисної моделі полягає у розширенні асортименту твердих препаративних форм, які включають гербіцидно активні сульфонілсечовини, зокрема, трифлусульфурон-метил, що забезпечують високу гербіцидну ефективність за рахунок кращого проникнення у тканини рослини. Запропонований склад препарату, що має назву «Штеферіб», забезпечує поліпшену біодоступність активного інгредієнту, що входить до складу препарату, зокрема, у випадку нерозчинних у воді сульфонілсечовин, і за рахунок цього досягнення бажаного агрохімічного ефекту.

Поставлена задача вирішується тим, що запропонована тверда препаративна форма у вигляді змочуваного порошку містить активний компонент, що представляє собою трифлусульфурон-метил, натрієву сіль N,N'-метиленбіс(нафталінсульфонової кислоти) як диспергувальний агент, каолін та силікагель як носії, а також додатково містить натрієву сіль додецилбензолсульфонової кислоти як змочувальний агент та конденсат 4-нонілфенолу та етиленоксиду як емульгатор, при наступному співвідношенні компонентів, мас. %:

Трифлусульфурон-метил	53,0-57,0
Конденсат 4-нонілфенолу та етиленоксиду	7,0-9,0
Натрієва сіль N,N'-метиленбіс(нафталінсульфонової кислоти)	3,0-5,0
Натрієва сіль додецилбензолсуль-	1,5-2,5

фонової кислоти

Силікагель

5,0-7,0

Каолін

26,0-28,0

Трифлусульфурон-метил у складі запропонованого препарату забезпечує гербіцидний вплив на рослини. Силікагель та каолін застосовують як носії або наповнювачі, комплекс конденсату 4-нонілфенолу та етиленоксиду, натрієвої солі N,N'-метиленбіс(нафталінсульфонової кислоти) та натрієвої солі додецилбензолсульфонової кислоти призначений для покращення диспергування активного агента. У склад композиції можуть бути також додатково введені допоміжні сполуки, зокрема, змочувальні агенти, антисипіювачі та інші.

Вказана препаративна форма у вигляді змочуваного порошку одержала назву «Штеферіб». Вона є зручною у приготуванні та використанні, легко диспергується у воді. Запропонована препаративна форма зберігає свої властивості протягом тривалого часу.

Змочувані порошки одержують шляхом тонкого подрібнення гербіцидно активної сполуки, наприклад, при використанні традиційного пристрою, такого, як молоткова дробилка, повітродувка для перемішування сипких речовин, дробилка з використанням струменя повітря, та перемішування вказаної активної сполуки одночасно або послідовно з допоміжними інгредієнтами композиції. Для одержання вказаної твердої препаративної форми у вигляді змочуваного порошку можна використовувати висушування розпиленням.

Для приготування заявленої препаративної форми компоненти композиції спочатку піддають попередньому перемішуванню, після чого здійснюють подрібнення у молотковій дробилці, поки розмір частинок не досягне 50 мікрон, повторно перемішують, піддають аналізу на вміст активного компоненту та проводять пакування.

Приведені нижче приклади призначені для ілюстрації та пояснення запропонованого винаходу. Для підтвердження ефективності заявленого складу запропонованої препаративної форми «Штеферіб» були проведені досліді при використанні трифлусульфурон-метилу у вигляді препаративної форми еталону «Карібу», яка містить трифлусульфурон-метил у кількості 500г/кг.

Приклад 1

Ефективність запропонованого складу препаративної форми, що містить посходовий гербіцид трифлусульфурон, досліджували у польових дослідях на посівах цукрових буряків. Дослідження проводили в зоні недостатнього зволоження на дослідних полях Веселоподільської ДСС, Семенівського району Полтавської області. Ґрунт чорнозем слабосолонцюватий содово-солончаковий, малогумусний з вмістом гумусу - 4,13%, рН сольова - 7,0. Рельєф поля рівний, глибина залягання підґрунтових вод - 11-12м. Попередник для посівів цукрового буряку - озима пшениця по гороху. Висівали насіння цукрових буряків сорту Веселоподільська однасінна-29. Площа посівної ділянки складала 32м, площа облікової ділянки - 25м. Повторність дослідів чотириохротно. При проведенні досліджень вико-

ристовували наступні варіанти обробки:

1. Контроль без застосування гербіцидів
2. Препарат «Штеферіб» (змочуваний порошок) при нормі витрати 30г/га

3. Еталонна препаративна форма «Карібу»® (змочуваний порошок) як стандарт для порівняння при нормі витрати 30г/га.

Посіви цукрових буряків сорту Веселоподільська одонасінна-29 піддавали обробці при появі бур'янів у фазу сім'ядоль шляхом суцільного обприскування спеціальним колісним газовим обприскувачем зі штангою. Для виключення негативного впливу на посіви цукрових буряків злакових видів бур'янів, їх знищували хімічним способом.

Для цього проводили обприскування посівів гербіцидом «Тарга Супер» (хізалофоп-п-етил, 50г/л) при нормі витрати робочої рідини 200-220л/га. В дослідках проводили такі обліки і спостереження: кількість рослин культури і бур'янів по видах перед проведенням обприскування препаратом «Штеферіб» та еталонним препаратом «Карібу» (шт./м²) та кількість бур'янів по видах через 20 днів після проведення обприскування посівів цукрових буряків вказаними препаратами. Результати аналізів ефективності заявленої препаративної форми у порівнянні з еталоном наведені у Таблиці 1.

Таблиця 1

Ефективність дії препарату «Штеферіб» на посівах цукрових буряків сорту Веселоподільська одонасінна-29

Види рослин	Варіанти дослідів							
	1		2			3		
	до внесення, шт./м ²	після внесення, шт./м ²	до внесення, шт./м ²	після внесення, шт./м ²	загибель, %	до внесення, шт./м ²	після внесення, шт./м ²	загибель, %
Цукрові буряки	7,1	6,7	7,0	6,5		6,8	6,2	
Щириця звичайна	20,9	21,2	24,0	1,7	92,9	23,6	1,7	92,8
Щириця жминдовидна	7,4	7,5	10,3	1,9	81,6	8,7	1,7	80,5
Лобода біла	8,6	8,9	10,9	2,2	79,8	10,2	2,0	80,4
Гірчак розлогий	11,8	11,8	7,5	0,5	93,3	10,6	1,0	90,6
Гірчак беріzkовидний	10,6	10,7	8,2	0,7	91,5	12,3	1,0	91,9
Гірчиця польова	12,1	12,1	9,4	0,1	98,9	10,3	од	99,0
Талабан польовий	7,1	7,1	12,2	0,2	98,4	9,5	0,3	86,4
Злінка канадська	14,5	15,1	13,1	0,5	96,2	10,6	0,2	98,1
Інші види	4,1	4,1	1,6	0,2	87,5	2,2	0,3	86,4
Всього дводольні	97,1	98,5	97,2	8,0	91,8	98,0	8,3	91,5
Однорічні злаки	32,4	3,2	30,1	0,9	97,0	28,9	1,2	95,8
Бур'яни всього	129,5	131,7	127,3	8,9	93,0	126,9	9,5	92,5

Приклад 2

Ефективність запропонованого складу препаративної форми, що містить посходовий гербіцид трифлусульфурон, досліджували у польових дослідках на посівах цукрових буряків. Дослідження проводили в зоні нестійкого зволоження на Білоцерківській дослідно-селекційній станції Київської області. Ґрунт - чорнозем глибокий, малогумусний, вилугований, крупно-пилуватий. Вміст гумусу в орному шарі ґрунту - 3,6-3,8%, рН сольової витяжки - 5,8. Попередник для посівів цукрового буряку - озима пшениця по гороху. Висівали цукрові буряки одонасінного ЧС гібриду Білоцерківський-57. Площа посівної ділянки - 32м², площа облікової ділянки - 25м². Повторність дослідів чотирьохкратна. При проведенні досліджень використовували наступні варіанти обробки:

1. Контроль без застосування гербіцидів
2. Препарат «Штеферіб» (змочуваний порошок) при нормі витрати 30г/га
3. Еталонна препаративна форма «Карібу»

(змочуваний порошок) як стандарт для порівняння при нормі витрати 30г/га.

Посіви цукрових буряків одонасінний ЧС гібрид Білоцерківський-57 піддавали обробці при появі бур'янів у фазу сім'ядоль шляхом суцільного обприскування спеціальним колісним газовим обприскувачем зі штангою. Для виключення негативного впливу на посіви цукрових буряків злакових видів бур'янів, їх знищували хімічним способом. Для цього проводили обприскування посівів гербіцидом «Тарга Супер» (хізалофоп-п-етил, 50г/л) при нормі витрати робочої рідини 200-220л/га. В дослідках проводили такі обліки і спостереження: кількість рослин культури і бур'янів по видах перед проведенням обприскування препаратом «Штеферіб» та еталонним препаратом «Карібу» (шт./м²) та кількість бур'янів по видах через 20 днів після проведення обприскування посівів цукрових буряків вказаними препаратами. Результати аналізів ефективності заявленої препаративної форми у порівнянні з еталоном наведені у Таблиці 2.

Таблиця 2

Ефективність дії препарату «Штеферіб» на посівах цукрових буряків
однонасінний ЧС гібрид Білоцерківський-57

Види рослин	Варіанти дослідів							
	1		2			3		
	до внесення, шт./м ²	після внесення, шт./м ²	до внесення, шт./м ²	після внесення, шт./м ²	загибель, %	до внесення, шт./м ²	після внесення, шт./м ²	загибель, %
Цукрові буряки	6,6	6,1	6,7	6,3		6,8	6,2	
Лобода біла	11,3	11,4	8,6	1,4	83,7	13,2	2,1	84,1
Лобода гібридна	6,7	6,7	7Д	1,4	80,3	8,3	1,7	79,5
Щириця звичайна	16,9	17,3	14,7	0,6	95,9	16,6	1,0	94,0
Гірчак почечуйний	13,2	13,2	1,3	0,8	92,9	12,1	1,5	87,6
Гірчак берізковидний	9,5	9,7	10,9	1,4	87,2	8,9	1,1	87,6
Паслін чорний	8,9	9,1	9,5	0,8	91,6	10,4	0,8	92,3
Незабутниця дрібнокріткова	16,4	16,7	15,2	1,2	92,1	16,7	1,7	89,8
Злинка канадська	11,5	11,7	12,1	2,4	80,2	12,7	1,5	88,2
Інші види	3,1	3,1	1,4	0,2	85,7	2,6	0,3	88,5
Всього дводольні	97,1	98,5	97,2	8,0	91,8	98,0	8,3	91,5
Однорічні злаки	32,4	33,2	30,1	0,9	97,0	28,9	1,2	95,8
Бур'яни всього	129,5	131,7	127,3	8,9	93,0	126,9	9,5	92,5

Приклад 3

Проводили дослідження ефективності запропонованого препарату на посівах цукрових буряків сорту Веселоподільська однонасінна-29 та однонасінний ЧС гібрид Білоцерківський-57. Умови проведення дослідів та варіанти дослідів аналогічні тим, що описані у Прикладі 1 та Прикладі 2. У цьому досліді проводили облік біомаси бур'янів (свіжої) на посівах на третю декаду липня

(період найбільшого її накопичення), облік врожаю коренеплодів цукрових буряків у вересні (вручну шляхом викопування рослин з облікових ділянок) з оцінкою густоти стояння рослин, визначали також рівень цукристості коренеплодів згідно з методом холодної дигестації на технологічній лінії «Венема» з усіх повторів варіантів. Дані дослідження представлені у Таблиці 3.

Таблиця 3

Накопичення біомаси бур'янів та продуктивність посівів цукрових буряків

Варіант	Маса бур'янів, г/м ²			Густина стояння, тис. шт/га	Урожайність, т/га	Цукристість, %	Розчинний попіл, %
	всього	в т.ч.					
		дводольних	злаків				
Цукрові буряки сорту Веселоподільська однонасінна-29							
1	3072	2045	1027	89,4	13,1	13,3	1,06
2	357	278	78	92,3	43,4	17,3	0,94
3	386	317	69	91,5	42,9	17,2	0,96
НІР ₀₅					2,26	0,15	0,07
Цукрові буряки сорту однонасінний ЧС гібрид Білоцерківський-57							
1	3364	2553	811	97,3	10,5	13,1	1,12
2	273	231	42	99,1	48,3	16,6	0,97
3	338	281	57	100,2	47,6	16,4	0,99
НІР ₀₅					2,43	0,19	0,09

Як видно з Таблиць 1 та 2, ефективність запропонованого препарату підтверджується зниженням загальної кількості бур'янів після його внесення на посівах цукрових буряків. Як результат, урожайність цукрових буряків обох сортів виявилася більш високою при використанні заявленої препаративної форми «Штеферіб», ніж при використанні еталонного препарату «Карібу»

(Таблиця 3).

Таким чином, проведені досліді підтвердили ефективність заявленої препаративної форми «Штеферіб» по відношенню до широкого спектру бур'янів та продемонстрували, що вона забезпечує ефективний захист рослин цукрового буряку від бур'янів при однаковому вмісті активної сполуки - трифлусульфурон-метилу у порівнянні з

11

еталонною препаративною формою Карібу за
рахунок оптимального складу допоміжних речо-
вин (носія, диспергувальних агентів, емульгаторів

24793

12

та змочувальних агентів) у запропонованій пре-
паративній формі.