



УКРАЇНА

(19) UA (11) 61128 (13) C2

(51) 7 A01N37/46,37/32,43/84

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СТАБІЛЬНІ ПРИ ЗБЕРІГАННІ ВОДНІ КОМПОЗИЦІЇ НА БАЗІ ПОХІДНИХ N-ФЕНІЛ-3,4,5,6-ТЕТРАГІДРОФТАЛІМІДІВ

1

2

(21) 2000095184

(22) 08 02 1999

(24) 17 11 2003

(86) PCT/EP99/00807, 08 02 1999

(31) 198 04 913 7

(32) 07 02 1998

(33) DE

(46) 17 11 2003, Бюл. № 11, 2003 р

(72) Братц Маттіас, DE, Бергхаус Райнер, DE,
Віггер Аугуст, DE, Парг Адольф, DE, Нуйкен Вес-
сель, DE

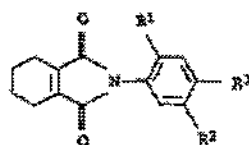
(73) БАСФ АКЦІОНГЕЗЕЛЛЬШАФТ, DE

(56) EP, A, 0362639, 11 04 1990

EP, A, 0385231, 05 09 1990

(57) 1 Стабільна при зберіганні водна композиція,
яка містить

а) 0,1 - 60 мас % тетрагідрофталіміду формули I



в якій замісники мають такі значення

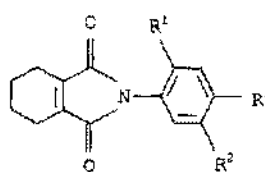
R¹ означає водень, фтор або хлор,R² являє собою групу A-CO-B, причому

A означає CH=C(Cl) або CH=C(Br) і

B означає C₁-C₆алкіл або групу OR⁴ чи SR⁴, деR⁴ означає водень, C₁-C₄алкіл, (C₁-C₆алкокси)карбоніл-C₁-C₆алкіл або C₁-C₆алкілоксиміно-C₁-C₆алкіл, чиR² являє собою групу OR⁵, SR⁵, COOR⁵ абоOCH₂COOR⁵, причомуR⁵ означає водень, C₁-C₆алкіл, C₃-C₇циклоалкіл,
C₃-C₈алкеніл, C₃-C₆алкініл або C₁-C₆алкокси-C₁-
C₆алкіл, чиR² являє собою групу CH₂-CO-OR⁶, причомуR⁶ означає C₁-C₆алкіл або C₁-C₆алкокси-C₁-C₆алкіл,
чиR² являє собою групу -NHSO₂-(C₁-C₆алкіл) іR³ означає хлор або ціано,та/або N-(7-фтор-3,4-дигідро-3-оксо-4-проп-2-ініл-
2Н-1,4-бензоксазин-6-іл)-циклогекс-1-ен-1,2-
дикарбоксиміду,б) 0,1-30мас % аніоноактивної поверхнево-
активної речовини,в) 0,1-30мас % неіоногенної поверхнево-активної
речовини,

г) 0,01-5мас % тиксотропуючої адитивної сполуки і

д) 1-90мас % води,

з умовою, що сума компонентів а) - д) становить
100мас %2 Стабільна при зберіганні водна композиція за п
1, яка додатково містить до 50 мас % інших герби-
цидно активних речовин та/або до 20 мас % інших
допоміжних агентів для препаративної форми3 Стабільна при зберіганні водна композиція за п
1 або 2, яка містить як компонент а) принаймні
одну з активних речовин 1 - 151 1 R¹=H, R³=Cl, R²=-CH=C(Cl)-COOC₂H₅,1 2 R¹=F, R³=Cl, R²=OCH₂-COOC₂H₅, 11,1 3 R¹=F, R³=Cl, R²=O-циклопентил,1 4 R¹=F, R³=Cl, R²=OCH(CH₃)-C≡CH,1 5 N-(7-фтор-3,4-дигідро-3-оксо-4-проп-2-ініл-2Н-
1,4-бензоксазин-6-іл)-циклогекс-1-ен-1,2-
дикарбоксимідВинахід стосується стабільних при зберіганні
водних композицій на базі похідних N-феніл-
3,4,5,6-тетрагідрофталімідів формули I і їхнього
застосування як гербіцидів для захисту рослин

(I)

(13) C2

(11) 61128

(19) UA

при яких замісники мають такі значення

R^1 означає водень, фтор або хлор,

R^2 являє собою групу A-CO-B, причому

A означає $CH=C(Cl)$ або $CH=C(Br)$ і

B означає C_1 - C_8 алкіл або групу OR^4 чи SR^4 , де

R^4 означає водень, C_1 - C_4 алкіл, (C_1 - C_6 алкокси)карбоніл-, C_1 - C_6 алкіл або C_1 - C_6 -алкілоксиміно- C_1 - C_6 алкіл, або

R^2 являє собою групу OR^5 , SR^5 , $COOR^5$ або OCH_2COOR^5 , причому

R^5 означає водень, C_1 - C_6 алкіл, C_3 - C_7 циклоалкіл, C_3 - C_8 алкенил, C_3 - C_8 алкініл або C_1 - C_6 алкокси- C_1 - C_6 -алкіл, або

R^2 являє собою групу CH_2 -CO- OR^6 , причому

R^6 означає C_1 - C_6 алкіл або C_1 - C_6 алкокси- C_1 - C_6 алкіл, чи

угруповання - $NHSO_2$ -(C_1 - C_6 алкіл) і

R^3 означає або хлор ціано

Гербіциди на базі тетрагідрофталімідів формують і відомі з різних публікацій, наприклад, з EP-A 240 659, Herbicide, Heck, B., Fedtke, C., R. R. Schmidt, Thieme Stuttgart 1995, S. 144, Proc Brighton Crop Protection Conference Weeds 1989, Vol 1, p. 41, Proc Brighton Crop Protection Conference Weeds 1991, Vol 1, p. 69, Anderson et al., American Chemical Soc Symposium Series 559, 18-33, 1994

Зі згаданих джерел випливає, що ці продукти являють собою здебільшого тверді композиції, наприклад, дисперговані у воді порошки або грануляти, або вони являють собою емульсійні концентрати, наприклад, флуміклолак (торгове найменування RESOURCE®EC, див публікацію The Pesticide Manual, 10th Edition, S. 488) або флуміоксазин (торгове найменування SUMISOYA® WP, див публікацію The Pesticide Manual, 10th Edition, S. 489)

Наведені композиції на практиці мають цілу низку недоліків. Наприклад, розчинники, що містяться в емульсійних концентратах, при наявних дискусіях з екології розглядаються як шкідливі. Крім того, застосовувані розчинники, як правило, несуть за собою проблему горючості. Обмежена розчинність активних речовин лімітує одержання висококонцентрованих композицій.

Для диспергованих у воді композицій (диспергованого у воді порошку) проблемою є утворення пилу, що часто виникає при їхньому використанні.

Композиції у вигляді водних суспензійних концентратів не повинні мати вищеписаних недоліків, такі концентрати для тетрагідрофталімідів, однак, дотепер ще не відомі.

Причиною цьому є те, що в літературних джерелах клас речовин тетрагідрофталімідів описується як чутливий до гідролізу. Так, наприклад, з публікації Nippon Noyaku Gakkaishi (1989), 14(4), стор. 497-501 (CA 1990 215895) відомо, що тетрагідрофталіміди у водних системах не стабільні. При значенні рН 5 у водній системі було виміряно період напіврозпаду тетрагідрофталіміду в 4-14 дні і при значенні рН 7 цей період вимірюється тільки в 9,14 годин.

Також і в публікаціях Biosci., Biotechnol., Biochem. (1993), 57(11) стор. 1913-15 і Agric. Biol. Chem. (1991), 55(11), стор. 2677-2678 описується недостатня стабільність похідних із класу тетрагі-

дрофталімідів.

В EP-A 385 231 описується застосування певних активних речовин із класу тетрагідрофталімідів для десикації й абсцизації частин рослин. У цій публікації є вказівка на те, що активні речовини можуть застосовуватися у вигляді різних препаративних форм, причому в довгому списку згадані також і водні висококонцентровані форми (стор. 6, рядок 45 і далі). Однак далі з цієї публікації випливає те, що водні препаративні форми готують з концентратів емульсій, або паст змочуваних порошків, тобто з таких препаративних форм, що мають вищенаведені недоліки. При цьому виходять із систем, що містять розчинник. У такий спосіб описані в EP-A 385 231 композиції фахівцеві не може розглядати як стабільні до зберігання водні композиції і навіть навпаки - ця публікація веде його від подібних думок.

В EP-A 240 659 описуються певні тетрагідрофталіміди, однак, наведені щодо їхніх препаративних форм доводи відповідають доводам з вищенаведеного патенту EP 385 231.

Завдання даного винаходу - розробити стабільні при зберіганні водні композиції, що не мають вищенаведених недоліків. Стабільність при зберіганні повинна відповідати розпорядженням FAO Manual on the development and use of FAO specifications for plant protection products, 44th Edition, Rom, 1992. Згідно з цими розпорядженнями, вміст продукту при зберіганні при кімнатній температурі протягом двох років не повинен знижуватися більш ніж на 10%.

Несподіваним способом було встановлено, що це завдання зважається водними суспензійними концентратами, що містять

- а) 0,1-60мас % тетрагідрофталіміду формули 1,
- б) 0,1-30мас % аніоноактивної поверхнево-активної речовини,
- в) 0,1-30мас % неаніоноактивної поверхнево-активної речовини,
- г) 0,01-5мас % тиксотропної адитивної сполуки,
- д) 0-50мас % інших гербіцидних активних речовин,
- е) 0-20мас % інших допоміжних агентів для препаративної форми і
- ж) 1-90% води.

Наведені для B і R^1 до R^6 органічні частини молекули являють собою збірні поняття для індивідуального перерахунку окремих значень. Усі вуглеводні панцюга, а саме всі алкільні, алкокси, алкоксиміно й алкоксикалькільні залишки можуть бути розгалуженими або нерозгалуженими.

Далі є, наприклад, такі позначення

C_1 - C_6 -алкіл означає метил, етил, н-пропіл, 1-метилетил, н-бутил, 1-метилпропіл, 2-метилпропіл або 1,1-диметилетил, н-пентил, 1-метилбутил, 2-метилбутил, 3-метилбутил, 2,2-диметилпропіл, 1-етилпропіл, н-гексил, 1,1-диметилпропіл, 1,2-диметилпропіл, 1-метилпентил, 2-метилпентил, 3-метилпентил, 4-метилпентил, 1,1-диметилбутил, 1,2-диметилбутил, 1,3-диметилбутил, 2,2-диметилбутил, 2,3-диметилбутил, 3,3-диметилбутил, 1-етилбутил, 2-етилбутил, 1,1,2-триметилпропіл, 1,2,2-триметилпропіл, 1-етил-1-

метилпропіл або 1-етил-2-метилпропіл, зокрема, метил, етил, н-пропіл, 1-метилетил, н-бутил, 1,1-диметилетил, н-пентил або н-гексил,

(C₁-C₆-алкокси)карбоніл означає (C₁-C₄-алкокси)карбоніл, наведений вище, а також, наприклад, н-пентоксикарбоніл, 1-метилбутоксикарбоніл, 2-метилбутоксикарбоніл, 3-метилбутоксикарбоніл, 2,2-диметилпропоксикарбоніл, 1-етилпропоксикарбоніл, н-гексоксикарбоніл, 1,1-диметилпропоксикарбоніл, 1,2-диметилпропоксикарбоніл, 1-метилпентоксикарбоніл, 2-метилпентоксикарбоніл, 3-метилпентоксикарбоніл, 4-метилпентоксикарбоніл, 1,1-диметилбутоксикарбоніл, 1,2-диметилбутоксикарбоніл, 1,3-диметилбутоксикарбоніл, 2,2-диметилбутоксикарбоніл, 2,3-диметилбутоксикарбоніл, 3,3-диметилбутоксикарбоніл, 1-етилбутоксикарбоніл, 2-етилбутоксикарбоніл, 1,1,2-триметилпропоксикарбоніл, 1,2,2-триметилпропоксикарбоніл, 1-етил-1-метилпропоксикарбоніл або 1-етил-2-метилпропоксикарбоніл, зокрема, метоксикарбоніл, етоксикарбоніл або 1-метилетоксикарбоніл,

(C₁-C₆-алкокси)карбоніл-C₁-C₆-алкокси означає заміщений наведеним вище (C₁-C₆-алкокси)карбонілом C₁-C₆-алкокси, а саме, наприклад, метоксикарбоніл-метокси, етоксикарбоніл-метокси, н-пропоксикарбоніл-метокси, н-бутоксикарбоніл-метокси, 1-(метоксикарбоніл)етокси, 2-(метоксикарбоніл)етокси, 2-(н-пропоксикарбоніл)етокси, 2-(н-бутоксикарбоніл)етокси, 3-(метоксикарбоніл)пропокси, 3-(етоксикарбоніл)пропокси, 3-(н-пропоксикарбоніл)пропокси, 4-(н-бутоксикарбоніл)пропокси, 4-(метоксикарбоніл)бутокси, 4-(н-пропоксикарбоніл)бутокси, 4-(н-бутоксикарбоніл)бутокси, 5-(метоксикарбоніл)пентокси, 5-(етоксикарбоніл)пентокси, 5-(н-пропоксикарбоніл)пентокси, 6-(метоксикарбоніл)гексокси, 6-(етоксикарбоніл)гексокси, 6-(н-пропоксикарбоніл)гексокси або 6-(н-бутоксикарбоніл)гексокси, зокрема, метоксикарбонілметокси або 1-(метоксикарбоніл)етокси,

C₁-C₆-алкокси означає метокси, етокси, н-пропокси, 1-метилетокси, н-бутокси, 1-метилпропокси, 2-метилпропокси або 1,1-диметилетокси, н-пентокси, 1-метилбутокси, 2-метилбутокси, 3-метилбутокси, 1,1-диметилпропокси, 1,2-диметилпропокси, 2,2-диметилпропокси, 1-етилпропокси, н-гексокси, 1-метилпентокси, 2-метилпентокси, 3-метилпентокси, 4-метилпентокси, 1,1-диметилбутокси, 1,2-диметилбутокси, 1,3-диметилбутокси, 2,2-диметилбутокси, 2,3-

диметилбутокси, 3,3-диметилбутокси, 1-етилбутокси, 2-етилбутокси, 1,1,2-триметилпропокси, 1,2,2-триметилпропокси, 1-етил-1-метилпропокси і 1-етил-2-метилпропокси, зокрема, метокси, етокси або 1-метилетокси,

C₁-C₆-алкокси-C₁-C₆-алкіл означає заміщений наведеним вище C₁-C₆-алкокси C₁-C₆-алкіл, наприклад, метоксиметил, етоксиметил, н-пропоксиметил, (1-метилетокси)метил, н-бутоксиметил, (1-метилпропокси)метил, (2-метилпропокси)метил, (1,1-диметилетокси)метил, 2-(метокси)етил, 2-(етокси)етил, 2-(н-пропокси)етил, 2-(1-метилетокси)етил, 2-(н-бутокси)етил, 2-(1-метилпропокси)етил, 2-(2-метилпропокси)етил, 2-(1,1-диметилетокси)етил, 2-(метокси)пропіл, 2-(етокси)пропіл, 2-(н-пропокси)пропіл, 2-(1-метилетокси)пропіл, 2-(н-бутокси)пропіл, 2-(1-метилпропокси)пропіл, 2-(2-метилпропокси)пропіл, 2-(1,1-диметилетокси)пропіл, 3-(метокси)пропіл, 3-(етокси)-пропіл, 3-(н-пропокси)пропіл, 3-(1-метилетокси)пропіл, 3-(н-бутокси)пропіл, 3-(1-метилпропокси)пропіл, 3-(2-метилпропокси)пропіл, 3-(1,1-диметилетокси)пропіл, 2-(метокси)бутил, 2-(етокси)бутил, 2-(н-пропокси)бутил, 2-(1-метилетокси)бутил, 2-(н-бутокси)бутил, 2-(1-метилпропокси)бутил, 2-(2-метилпропокси)бутил, 2-(1,1-диметилетокси)бутил, 3-(метокси)бутил, 3-(етокси)бутил, 3-(н-пропокси)бутил, 3-(1-метилетокси)бутил, 3-(н-бутокси)бутил, 3-(1-метилпропокси)бутил, 3-(2-метилпропокси)бутил, 3-(1,1-диметилетокси)бутил, 4-(метокси)бутил, 4-(етокси)бутил, 4-(н-пропокси)бутил, 4-(1-метилетокси)бутил, 4-(н-бутокси)бутил, 4-(1-метилпропокси)бутил, 4-(2-метилпропокси) або бутил 4-(1,1-диметилетокси)бутил, зокрема, метоксиметил або 2-метоксіетил,

C₁-C₆-алкілоксиміно-C₁-C₆-алкіл означає C₁-C₆-алкіл, заміщений за допомогою C₁-C₆-алкілоксиміно, таким, як метоксіміно, етоксіміно, 1-пропоксиміно, 2-пропоксиміно, 1-метил-1-етоксіміно, н-бутоксіміно, утор-, бутоксіміно, трет-бутоксіміно, 1-метил-1-пропоксиміно, 2-метил-1-пропоксиміно, 1-метил-2-пропоксиміно, 2-метил-2-пропоксиміно, н-пентоксіміно, 2-пентоксіміно, 3-пентоксіміно, 4-пентоксіміно, 1-метил-1-бутоксіміно, 2-метил-1-бутоксіміно, 3-метил-1-бутоксіміно, 1-метил-2-бутоксіміно, 2-метил-2-бутоксіміно, 3-метил-2-бутоксіміно, 1-метил-3-бутоксіміно, 2-метил-3-бутоксіміно, 3-метил-3-бутоксіміно, 1,1-диметил-2-пропоксиміно, 1,2-диметил-1-пропоксиміно, 1,2-диметил-2-пропоксиміно, 1-етил-1-пропоксиміно, 1-етил-2-пропоксиміно, н-гексіоксіміно, 2-гексоксиміно, 3-гексіоксіміно, 4-гексіоксіміно, 5-гексоксиміно, 1-метил-1-пентоксіміно, 2-метил-1-пентоксіміно, 3-метил-1-пентоксіміно, 4-метил-1-пентоксіміно, 1-метил-2-пентоксіміно, 2-метил-2-пентоксіміно, 3-метил-2-пентоксіміно, 4-метил-2-пентоксіміно, 1-метил-3-пентоксіміно, 2-метил-3-пентоксіміно, 3-метил-3-пентоксіміно, 4-метил-3-пентоксіміно, 1-метил-4-пентоксіміно, 2-метил-4-пентоксіміно, 3-метил-4-пентоксіміно, 4-метил-4-пентоксіміно, 1,1-диметил-2-бутоксіміно, 1,1-диметил-3-бутоксіміно, 1,2-диметил-1-бутоксіміно, 1,2-диметил-2-бутоксіміно, 1,2-диметил-3-

бутоксіміно, 1,3-диметил-1-бутоксіміно, 1,3-
диметил-2-бутоксіміно, 1,3-диметил-3-
бутоксіміно, 2,2-диметил-3-бутоксіміно, 2,3-
диметил-1-бутоксіміно, 2,3-диметил-2-
бутоксіміно, 2,3-диметил-3-бутоксіміно, 3,3-
диметил-1-бутоксіміно, 3,3-диметил-2-
бутоксіміно, 1-етил-1-бутоксіміно, 1-етил-2-
бутоксіміно, 1-етил-3-бутоксіміно, 2-етил-1-
бутоксіміно, 2-етил-2-бутоксіміно, 2-етил-3-
бутоксіміно, 1,1,2-триметил-2-пропоксіміно, 1-
етил-1-метил-2-пропоксіміно, 1-етил-2-метил-1-
пропоксіміно і 1-етил-2-метил-2-пропоксіміно,
наприклад, метоксімінометил,

C₃-C₈ алкенілі означає, наприклад, проп-2-ен-1-іл, н-бутен-4-іл, 1-метил-проп-2-ен-1-іл, 2-метил-проп-2-ен-1-іл, 2-бутен-1-іл, н-пентен-3-іл, н-пентен-4-іл, 1-метил-бут-2-ен-1-іл, 2-метил-бут-2-ен-1-іл, 3-метил-бут-2-ен-1-іл, 1-метил-бут-3-ен-1-іл, 2-метил-бут-3-ен-1-іл, 3-метил-бут-3-ен-1-іл, 1,1-диметил-проп-2-ен-1-іл, 1,2-диметил-проп-2-ен-1-іл, 1-етил-проп-2-ен-1-іл, н-гекс-3-ен-1-іл, н-гекс-4-ен-1-іл, н-гекс-5-ен-1-іл, 1-метил-пент-3-ен-1-іл, 2-метил-пент-3-ен-1-іл, 3-метил-пент-3-ен-1-іл, 4-метил-пент-3-ен-1-іл, 1-метил-пент-4-ен-1-іл, 2-метил-пент-4-ен-1-іл, 3-метил-пент-4-ен-1-іл, 4-метил-пент-4-ен-1-іл, 1,1-диметил-бут-2-ен-1-іл, 1,1-диметил-бут-3-ен-1-іл, 1,2-диметил-бут-2-ен-1-іл, 1,2-диметил-бут-3-ен-1-іл, 1,3-диметил-бут-2-ен-1-іл, 1,3-диметил-бут-3-ен-1-іл, 2,2-диметил-бут-3-ен-1-іл, 2,3-диметил-бут-2-ен-1-іл, 2,3-диметил-бут-3-ен-1-іл, 3,3-диметил-бут-2-ен-1-іл, 1-етил-бут-2-ен-1-іл, 1-етил-бут-3-ен-1-іл, 2-етил-бут-2-ен-1-іл, 2-етил-бут-3-ен-1-іл, 1,1,2-триметилпроп-2-ен-1-іл, 1-етил-1-метилпроп-2-ен-1-іл або 1-етил-2-метилпроп-2-ен-1-іл, зокрема, проп-2-ен-1-іл або н-бутен-4-іл.

С₃-С₈-алкініл означає проп-1-ін-1-іл, проп-2-ін-1-іл, н-бут-1-ін-1-іл, н-бут-1-ін-3-іл, н-бут-1-ін-4-іл, н-бут-2-ін-1-іл, н-пент-1-ін-1-іл, н-пент-1-ін-3-іл, н-пент-1-ін-4-іл, н-пент-1-ін-5-іл, н-пент-2-ін-1-іл, н-пент-2-ін-4-іл, н-пент-2-ін-5-іл, 3-метил-бут-1-ін-3-іл, 3-метил-бут-1-ін-4-іл, н-гекс-1-ін-1-іл, н-гекс-1-ін-3-іл, н-гекс-1-ін-4-іл, н-гекс-1-ін-5-іл, н-гекс-1-ін-6-іл, н-гекс-2-ін-1-іл, н-гекс-2-ін-4-іл, н-гекс-2-ін-5-іл, н-гекс-2-ін-6-іл, н-гекс-3-ін-1-іл, н-гекс-3-ін-2-іл, 3-метил-пент-1-ін-1-іл, 3-метил-пент-1-ін-3-іл, 3-метил-пент-1-ін-4-іл, 3-метил-пент-1-ін-5-іл, 4-метил-пент-1-ін-1-іл, 4-метил-пент-2-ін-4-іл або 4-метил-пент-2-ін-5-іл, зокрема, проп-2-ін-1-іл,

C₃-C₇-циклоалкіл означає циклопропіл, циклобутил, цикlopентил, циклогексил або циклогептил, зокрема, цикlopентил або циклогексил

Композиції за винаходом містять переважно 5-60мас %, зокрема, 5-50мас % тетрагідрофталіміну формули I. Бажаними тетрагідрофталімінами є сполуки формули I, в якій R¹ означає водень або фтор, R³ означає Cl і R² означає A-CO-B, OR⁵ (де R⁵=C₁-C₆алкіл, C₂-C₈алкенил або C₃-C₇циклоалкіл) або OSO₂COOR⁵ (де R⁵=C₁-C₆алкіл). Особливо бажані сполуки 1,1 до 1,5

11 $R^1=H$, $R^3=Cl$, $R^2=-CH=C(Cl)-COOC_2H_5$ (загальноприйнята назва цинідон-етил, порівн EP-A 240 659)

12. R¹=F, R³=Cl, R²=OCH₂-COOC₅H₁₁ (загальноприйнята назва флюміклорак-пентил)

13 $R^1=F$, $R=Cl$, $R^2=O$ -циклопентил

14. $R^1 = F$, $R^3 = Cl$, $R^2 = OCH(CH_3)-C \equiv CH$ (загальноприйнята назва флюмпропін)

15 N-(7-фторо-3,4-дигидро-3-окси-4-проп-2-иніл-2Н-1,4-бензоксазин-6-іл)циклогекс-1-єне-1,2-дикарбоксиміді (загальноприйнята назва флюміоксазин)

Як компонент б) композиції за винаходом містять 0,1-30мас %, переважно 0,3-15мас % і зокрема 0,5-7мас % аніоноактивної поверхнево-активної речовини

Такі аніоноактивні поверхнево-активні речовини відомі фахівцеві й описані в літературі

Придатними іоногенними поверхнево-активними речовинами можуть бути, наприклад, алкіларилсульфонати, фенілсульфонати, алкілсульфати, алкілсульфонати, ефіри алкілсульфатів, ефіри алкіларилсульфатів, ефіри алкілполіглікопфосфатів, ефіри поліарилфенілфосфатів, алкілсульфоцинати, олефілсульфонати, парафінсульфонати, нафтові сульфонати, тауриди, саркосиди, кислоти жирного ряду, алкілнафталінсульфокислоти, нафталінсульфокислоти, лігнілсульфокислоти, продукти конденсації сульфонованих нафталінів з формальдегідом або з формальдегідом і фенолом і, в разі потреби, із сечовиною, лігнілсульфатний відпрацьований луг, включаючи їхні лужні, лужноземельні, амонієві й амінові солі, алкілфосфати, четвертинні амонієві сполуки, аміноксиди, бетайни і їхні суміші.

Перевага віддається продуктам конденсації сульфованих нафталінів або фенолів з формальдегідом і, в разі потреби, із сечовиною, які є у вигляді водорозчинних солей

Як компонент в) стабільні до зберігання водні композиції, відповідно до винаходу, містять 0,1 до 30мас %, бажано 0,3-15мас % і, зокрема, 0,5 до 7мас % неіоногенної поверхнево-активної речовини

Придатними неіоногенними поверхнево-активними речовинами є, наприклад, алкілфенолалкоксилати, алкоксилати спиртів, аліфатичні аміноалкоксилати, складні ефіри поліоксіетиленгліцеролу і жирних кислот, алкоксилати рицинової олії, алкоксилати жирних кислот, амідалкоксилати жирних кислот, полідіетаноаміди жирних кислот, лінолінетоксидати, складні полігліколеві ефіри жирних кислот, ізотридециловий спирт, амід жирних кислот, метилцелюлоза, складні ефіри жирних кислот, кремній-органічні олії, алкілполіглікозиди, складний ефір гліцеролу і жирних кислот, поліетиленгліколь, поліпропіленгліколь поліетиленглікольполі-пропіленгліколь- блок- співполімери, поліетиленглікольалкиловий ефір, проліпропіленглікольалкиловий ефір, блок-співполімери поліетиленглікольполіпропіленгліколевого ефіру і їхні суміші, поліакрилати і прищеплювальні співполімери акрилової кислоти

Бажаними неіоногенними поверхнево-активними речовинами є поліетиленгліколь, поліпропіленгліколь, поліетиленглікольполіпропіленгліколь-блок-співполімери, поліетиленглікольалкіловий ефір, поліпропіленглікольалкіловий ефір, блокспівполімери поліетиленглікольполіпропіленгліколевого ефіру і їхні суміші

Кращими сумішами іоногенних і неіоногенних

поверхнево-активних речовин є продукти конденсації сульфонованих фенолів із сечовиною і формальдегідом, а також блок-співполімери поліетилентетрагіколіпропіленгіколевого ефіру

Придатними тиксотропними адитивними сполуками г) є такі сполуки, що додають композиції псевдопластичну плинність, тобто високу в'язкість у стані спокою і низьку в'язкість у рухливому стані. Зміст тиксотропних адитивних сполук становить 0,01 до 5, бажано 0,05 до 3 зокрема 0,1 до 2 мас %

Придатними сполуками є, наприклад, полісахариди, такі, як Xanthan® Gum, Kelzan® фірми Kelco або Rhodopol® 23 фірми Rhone Poulenc

Поряд з істотними компонентами а) до г) композиції за винаходом можуть містити інші гербіцидні активні речовини й інші допоміжні агенти

Як інші гербіцидні активні речовини застосовуються такі групи

д1 амід, такі, як пропаніл,

д2 амінофосфорні кислоти, такі, як білафос (білафос), бумінафос, амоній-глюкофосфат, глюкофосфат, сульфозат,

д3 анліди, такі, як тіафлуамід,

д4 арилатоксикалкенкарбонова кислота, така, як 2,4-D, 2,4-DB, хлорпроп, дихлорпроп, дихлорпроп-Р, (2,4-DP-Р), фтороксипі, MCPA, MCPB, мекопроп, мекопроп-Р, напропамід, напропанлід і трихлорп,

д5 бензойні кислоти, такі, як хлорамбен і диамба,

д6 бензотіадиазинони, такі, як бентазон,

д7 дизенфікувальні засоби (Bleacher), такі, як хомазон (диметазон), флуртамони, дифлуфенкан, флуорохлоридони, флупоксам, флуридон, піразолат, сулкотринон (хлор-мезупон), ізоксафлутол і 2-(2'-хлор-3'-етокси-4'-етилсульфонилбезол)-4-метилциклогексан-1,3-діол,

д8 карбамати, такі, як азулам, барбан, бутилат, карбетамід, хлорбутафам, хлорпрофам, циклоат, десмедифам, діалпати, ЕПТК, еспрокарб, молінат, орбенкарб, пебулат, фенізофам, фінмедифам, профам, просульфоккарб, прибутикарб, сульфаллат (КДЕК), тербукарб, тіобенкарб (бентіокарб), тіокарбазил, траллат і вернолат,

д9 хінолінкарбонові кислоти, такі, як хінклорак і хінмерак,

д10 хлорацетанліди, такі, як ацетохлор, алахлор, бутахлор, бутенахлор, діетатил-етил, диметлахлор, диметенамід (порівн також клас с2) метазлахлор, метолахлор, претілахлор, пропахлор, принахлор, тербухлор, тенілахлор і ксилахлор,

д11 динітроанліни, такі, як бенефін, бутралін, динтрамін, еталфлуралін, флухлоралін, ізопропалін, нітралін, оризалін, пендиметалін, продіамін, профлуралін і трифлуралін,

д12 динітрофеноли, такі, як бромфеноксим, діносеб, діносеб-ацетат, дінотерб і ДНОК,

д13 дифенілові ефіри, такі, як ацифлуорфен-натрій, аклоніфен, біфенокс, хлорнітрофен (ХНФ), дифеноксурон, етоксифен, флуородифен, флуорогікофен-етил, фомезафен, фурилоксифен, лактофен, нітрофен, нітрофлуорофен і оксифлуорофен,

д14 сечовини, такі, як бензтіазурон, бутурон, хлорбромурон, хлороксиурон, хлортолурун, кумі-

лоурон, дибетицелурон, циклурун, димефурін, діурон, димурон, етидимурон, фенурон, фторметурон, ізопротурон, ізоурон, карбутилат, лінурун, метабензтіазурон, метобензурон, метоксурон, монолінурун, монурон, небурон, сидурон, тебутурон, триметурон і дифенурон,

д15 імідазоліони, такі, як імазаметалі, імазапір, імазахін, імазетабенз-метил (імазам), імазеталі і імазамокс,

д16 оксадіазоли, такі, як метазоли, оксадіаргіл і оксадіазон,

д17 феноли, такі, як бромоксініл та іоксініл,

д18 ефіри феноксипропонової кислоти, такі, як клодинафол, цигалофол-бутил, диклофол-метил, феноксапроп-етил, феноксапроп-п-етил, фентіапроп-етил, флуазифол-бутил, флуазифол-п-бутил, галоксифол-етоксїетил, галоксифол-метил, галоксифол-п-метил, ізоксапірифол, пропахіафол, хізалофол-етил, хізалофол-п-етил і хізалофолтефурил,

д19 інгібітори протопорфіриноген-ІХ-оксидази, такі, як бензофенап, флутіацет-метил, піразоксифен, сульфентриазон, тидіазимін, карфентриазон, азафенідин, оксадіазон і оксадіаргіл,

д20 піридазини, такі, як хлорідазон, норфлуразон і піридат,

д21 піридинкарбонові кислоти, такі, як клопіралід і піклорам,

д22 сульфонаміди, такі, як флуметсулам, метосулам, клогансулам-метил і диклосулам,

д23 триазини, такі, як аметрин, атразин, азіпротрин, ціаназини, ципразини, десметрин, диметаметрин, дипропетрин, егілазін-етил, гек азінон, проціазини, прометон, прометрин, пропазін, секбуметон, симазин, симетрин, тербуметон, тербутрин, тербутилазін, тритазин і димесифлам,

д24 триазинони, такі, як етіозин, метаметрон і метрибузін,

д25 урацил, такі, як бромацил, ленацил і тербаціл,

д26 сульфонілсечовини, такі, як амідосульфурін, азимсульфурін, бензульфурін метил, хлоримурон-етил, хлорсульфурін, хлорсульфоксим, циносульфурін, циклосульфамурон, етаметсульфурін-метил, етоксисульфурін, флазасульфурін, флупірсульфурін, галосульфурін-метил, імазосульфурін, метосульфурін-метил, нікосульфурін, оксисульфурін, примісульфурін, просульфурін, піразосульфурін-етил, римсульфурін, сульфосульфурін, сульфометурон-метил, тифенсульфурін-метил, тіасульфурін, трибенурон-метил і трифлусульфурін-метил,

д27 дипіридилени, такі, як дифензокват, дикват і паракват

Іншими бажаними гербіцидами групи д) є арилатоксикалкенкарбонові кислоти, такі, як 2,4-D, 2,4-DB, CMPP, CMPP-Р, дихлорпроп, дихлорпроп-Р, MCPA, MCPB, складні ефіри цих сполук, зокрема, складні ізопропілові, бутилові і ізооктилові ефіри, насамперед складні 2-етилгексїлові ефіри, а також [(4-аміно-3,5-дихлор-6-фтор-2-піридил)окси]оцтова кислота (флуороксипі), дикамба, хлортолурун, карфентриазон-етил, ізопротурон, дифенурон, метоксурон, монолінурун, небурон, імазетабенз-метил, бромоксініл, іоксініл, клодинафол, цигалофол-бутил, диклофол-метил,

феноксапроп-етил, феноксапроп-п-етил, фентіапроп-етил, флуазифоп-бутил, флуазифоп-п-бутил, галоксифоп-етоксietил, галоксифоп-метил, галоксифоп-п-метил, ізоксапірифоп, пропахізафоп, хізалофоп-етил, хізалофоп-п-етил, хізалофоп-тефурил, флуметсулам, метосулам, клорансулам-метил, диклосулам, атразин, симазин, ціаназин, тербутрин, дифлуфензопир, амідосульфурин, хлоримурон, хлорсульфурин, гапосульфурин, метсульфурин-метил, примісульфурин, тифенсульфурин, триасульфурин, трибенурон-метил, просульфурин, етоксисульфурин, флупірсульфурин, сульфосульфурин, N-[[[4-метокси-6-(трифторметил)-1,3,5-триазин-2-іл]аміно]карбоніл]-2-(трифторметил)бензолсульфонамід

Особливо бажаними іншими гербіцидами групи д) є карфентразон-етил, диметенамід, 2,4-D, дикамба, флуороксибір, пендиметалін, ізопротурон, хлортопурин, флупірсульфурин, N-[[[4-метокси-6-(трифторметил)-1,3,5-триазин-2-іл]аміно]карбоніл]-2-(трифторметил)-бензолсульфонамід, метсульфурин-метил, амідосульфурин, імазетабенз-метил, метосулам, дифлуфенікан, флуртамони і сульфосульфурин

Частка інших гербіцидів у композиціях за винаходом становить 0 до 50мас %, бажано 0 до 35мас %, зокрема, 1 до 30мас %, у перерахунку на загальну вагу композиції

У водної гербіцидної композиції за винаходом може також застосовуватися один або кілька звичайних для препаративних форм допоміжних агентів є), Придатними допоміжними агентами для композицій є, наприклад, наповнювачі, протиспінювачі, бактерициди й антифризи. Також можуть додаватися розчинники, однак їхня частка повинна бути якомога меншою

Як розчинники можуть застосовуватися C₁-C₈-спирти, такі, як метанол, етанол, пропанол і гексанол, гліколи, такі, як етиленгліколь, пропіленгліколь і бутіленгліколь, гліколеві ефіри, наприклад, алкіленглікольмоно-C₁-C₆-алкілові ефіри, такі, як етиленглікольмонометіловий ефір і етиленглікольмоноетіловий ефір, а також ароматичні розчинники, такі, як сольвессо Solvesso 200 (фірми Exxon), складні ефіри жирної кислоти, наприклад, метил-олеат, рослинні олії, такі, як соєва олія, соняшникова олія, рицинова олія. Частка розчинника в загальному становить порядку 0-20мас %

Протиспінювачами можуть бути, наприклад, кремнійорганічні емульсії, довголанцюгові спирти, жирні кислоти, фторорганічні сполуки і їхні суміші

Бактерициди можуть додаватися для стабілізації водних фунгіцидних композицій. Придатними бактерицидами є, наприклад, Proxel® (фірми ICI), Nipacide® BIT 20 (фірми Thor Chemie), Kathon® MK, Acticide® (фірми Rohm & Haas)

Уміст протиспінювачів і бактерицидів становить загально 0,1-5мас %, бажано 0,1-2мас %

Допоміжні агенти композицій можуть застосовуватися в препаративних формах діючої речовини для засобів захисту рослин з концентрацією від 0 до 20мас %. Якщо вони є складовою частиною композиції, то їхній вміст становить 5% до 15% ваги

Водні композиції за винаходом можна готувати відомим фахівцеві й описаним у літературі спосо-

бом одержання водних суспензійних концентратів, тому немає потреби наводити докладні дані

Композиції за винаходом застосовуються в галузі захисту рослин при боротьбі з небажаним ростом рослин (як гербіциди)

Застосування активних речовин формули I, відповідно, гербіцидним засобам, може здійснюватися передсходовим або післясходовим методом. Якщо діючі речовини мають знижену сумісність з деякими видами культурних рослин, то можна застосовувати техніку обробляння, при якій гербіцидні засоби розприскують за допомогою розпилювачів таким чином, щоб вони по змозі не потрапляли на листя чутливих культурних рослин, а попадали на листя небажаних рослин, що ростуть серед них, або на відкриті ділянки ґрунту (методи спрямованого обприскування, відповідно, метод стрічкового обприскування)

Для цього композиції за винаходом застосовуються після розведення за допомогою розпилення на листя. При цьому нанесення роблять з використанням як носія води шляхом звичайної техніки обприскування з кількостями розчину для обприскування, що становлять прибіл 100 до 1000 л/га

Засоби захисту рослин за винаходом можуть застосовуватися при нормах витрат від 0,001 до 5кг/га, переважно, 0,01 до 3кг/га, зокрема, 0,01 до 0,6кг/га

Нижченаведені приклади пояснюють винахід. Описані в прикладах досліди проводять у такий спосіб

Уміст активної речовини визначають за допомогою кількісної, рідинної хроматографії ЖХВД і дається в г/л

Для визначення стабільності при зберіганні проби композицій за винаходом зберігають певний час у закритих посудинах при заданій температурі. Після цього проби перевіряють і порівнюють з контрольним значенням на початку зберігання (з нульовим значенням). Уміст активної речовини дається як відносна величина в перерахунку на нульове значення (у відсотках)

Дослід проводять, спираючись на методи CIPAC MT 46. При цьому тривалі стабільності при зберіганні продукту оцінюють короточасним зберіганням при підвищеній температурі

Застосовані в прикладах адитивні сполуки наведено в таблиці 1

Таблиця 1

Найменування	хім позначення	джерело одержання
Wettol® D1	конденсат фенол-сульфокислоти і формальдепду	BASF AG
Pluronic®PE 10500	блокспівполімер ЕО/ПО	BASF AG
Протиспінювач SRE	емульсія креморганічної олії	Wacker-Chemie
Kelzan®	попісахарид	Fa Kelco
Kathon® MK	бактерицид	Fa, Rohm & Haas

Приклад 1

504г активної речовини 1 1 (техн 99 %), 20г Wettol®DI фірми BASF, 30г Pluronic® PE 10500 фірми BASF AG, 2г Kelzan®, 1,4г Kathon® MK, 50г 1,2-пропіленгліколю і 5г кремнійорганічної емульсії фірми Wacker доповнюють до 1л водою й у широмумлині перемелюють до розміру гранул у 60%<2 мікрон (виміряно за допомогою гранулометра Cilas 715, фірми Cilas, Marcoussis, Франція)

Приклад 2

Як описано в прикладі 1, з

213г активної речовини 1 1 (техн 93,8%),

70г пропіленгліколю,

20г Wettol® D1,

20г Pluronic®PE10500,

5г Silikonemulsion,

3г Kelzan® S,

доповнених водою до 1000мл, одержують суспензійний концентрат

Приклад 3

100мл отриманого в прикладі 1 концентрату змішують у пропелерній мішалці з 2л суспензійного концентрату, що містить 400г/л пендиметаліну

Одержують суспензійний концентрат з 24г/л активної речовини 1 1 і 380г/л пендиметаліну

Приклад 4

100мл отриманого в прикладі 1 концентрату змішують за допомогою пропелерної мішалки з 4л концентрату, що містить 300г/л хлортолуруну і 200г/л пендиметаліну Одержують суспензійний концентрат з 12г/л активної речовини 1 1, 293г/л хлортолуруну і 195г/л пендиметаліну

Приклад 5

100мл отриманого в прикладі 1 концентрату змішують за допомогою пропелерної мішалки з 2,5л концентрату, що містить 700г/л хлортолуруну Одержують суспензійний концентрат з 19г/л активної речовини 1,1 і 673г/л хлортолуруну

Приклад 6

221г цинідон-етилю (1 1) (техн 95%), 355г N-[[[4-метокси-6-(трифторметил)-1,3,5-триазин-2-іл]аміно]карбоніл]-2-(трифторметил)бензолсульфонамиду (техн 98%), 20г Wettol® D 1, 30г Pluronic® PE 10500, 5г Silikonemulsion, 2г Kelzan® S, 1,8г Kathon® M K і 70г пропіленгліколю доповнюють до 1л водою і перемелюють у кульовомумлині (фірми Dyno-Mill) до розміру гранул 60%<2мм Одержують суспензійний концентрат з 210г/л цинідон-етилю і 350г/л N-[[[4-метокси-6-(трифторметил)-1,3,5-триазин-2-іл]аміно]карбоніл]-2-(трифторметил)бензолсульфонамиду

Приклад 7

40мл отриманого в прикладі 1 концентрату змішують за допомогою пропелерної мішалки з 1л концентрату, що містить 100г/л дифлуфенкану і 250г/л флутамону Одержують стабільну композицію суспензійного концентрату

Результати стабільності при зберіганні і визначенні вмісту активної речовини впливають з нижченаведеної таблиці 2

Таблиця 2

Приклад	Тривалість зберігання (днів)	Температура	Зміст активної речовини 1 1
1	30	50°C	98%
3	30	50°C	98%
4	30	50°C	95%
5	30	50°C	90%
6	14	54°C	99%

Подані в таблиці результати показують дуже хорошу стабільність при зберіганні водних композицій за винаходом