



УКРАЇНА

(19) UA (11) 39874 (13) C2

(51) 7 A01N43/40, C07D213/73

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) ГЕРБИЦИДНА ПРЕПАРАТИВНА ФОРМА ТА СПОСІБ БОРОТЬБИ З НЕБАЖАНОЮ РОСЛИННІСТЮ

(21) 95018061

(22) 08.04.1994

(24) 16.07.2001

(31) 08/052446

(32) 23.04.1993

(33) US

(86) PCT/US94/03880, 08.04.1994

(46) 16.07.2001, Бюл. № 6, 2001 р.

(72) Патрік Дж. Малквін (GB), Грехем Бенкс (GB),
Джон Девіс (GB), Ейлін А. Патерсон (GB), Мартен
Снел (GB)

(73) ДАУ АГРОСАЙНСІС ЛЛС (US)

(56) 1. US, 4 108 629, 22.08.1978;

2. EP, 0 441 457, 05.06.1996;

3. Мельников Н.Н. Новые пестициды. – М,
изд-во «Мир», 1970.

(57) 1. Гербицидная препаративная форма, содержащая фтороксипир в виде эфира, выбранная из эмульгирующегося концентрата, концентрированной водной эмульсии, смачивающегося порошка или вододиспергируемой гранулированной сельскохозяйственной композиции, **отличающаяся** тем, что в качестве эфира фтороксипира содержит жидкий при 25°C эфир, выбранный из 1-бутоксид-2-пропилового, 1-бутоксид-2-бутилового, 1-(1-метоксид-2-пропокси)-2-пропилового, 1-(1-бутоксид-2-пропокси)-пропокси)-2-пропилового и 2-этилгексидового эфиров.

2. Препаративная форма по п. 1, **отличающаяся** тем, что в качестве эфира фтороксипира содержит 1-бутоксид-2-пропиловый, 1-бутоксид-2-бутиловый или 2-этилгексидовый эфир.

3. Препаративная форма по п. 1, **отличающаяся** тем, что представляет собой эмульгирующий концентрат, включающий не менее 40% мас. фто-

роксирирового эфира, не более 55% мас. органического растворителя и 1-20% мас. поверхностно-активного агента.

4. Препаративная форма по п. 1, **отличающаяся** тем, что представляет собой концентрированную водную эмульсию, содержащую 0,05-10% мас. поверхностно-активного агента и не более 80% мас. эмульгированной фазы, причем эмульгированная фаза включает, по меньшей мере, 50% мас. эфира фтороксипира и не более 45% мас. органического растворителя.

5. Препаративная форма по п. 4, **отличающаяся** тем, что эмульгированная фаза не содержит добавляемого органического растворителя.

6. Препаративная форма по п. 1, **отличающаяся** тем, что представляет собой смачивающийся порошок или вододиспергируемую гранулу, содержащие 20-30% мас. фтороксипирового эфира, 3-20% мас. поверхностно-активного агента и мелко измельченный твердый носитель.

7. Препаративная форма по п. 1, **отличающаяся** тем, что содержит дополнительно другой совместимый с жидким эфиром фтороксипира гербицид.

8. Препаративная форма по п. 7, **отличающаяся** тем, что в качестве совместимого гербицида содержит метосулам или бифенокс.

9. Способ борьбы с нежелательной растительностью с использованием композиции, содержащей эфир фтороксипира, **отличающийся** тем, что используют композицию по пп.1 - 8, которую разбавляют водой до получения водного раствора для распыления, содержащего эффективное в гербицидном отношении количество эфира фтороксипира с последующим нанесением его на нежелательную растительность.

Сельскохозяйственные химикаты, такие, как гербициды, инсектициды и фунгициды, перед продажей основному потребителю обычно смешиваются с носителями и вспомогательными средствами для получения композиционного продукта. Применяемые вспомогательные средства и носители увеличивают стоимость и в некоторых случаях делают продукт менее привлекательным с точки зрения воздействия на окружающую среду. С другой стороны, эти ингредиенты часто вносят по-

ложительный вклад в эффективность композиционного продукта. Органические растворители, особенно углеводородные растворители, встречающиеся обычно в композиционных сельскохозяйственных продуктах, являются примерами носителей, имеющих такие характерные черты. Желаемой целью является получение композиционных сельскохозяйственных продуктов, которые содержат очень небольшое количество органического растворителя или не содержат органического

UA (19)
39874 (11)
C2 (13)

го растворителя и, особенно, не содержат нефтяных углеводородов или хлорированных углеводородных растворителей, но которые являются по крайней мере такими же эффективными, как содержащие растворители композиционные продукты.

Фтороксипир, который представляет собой ((4-амино-3,5-дихлор-2-пиридинил)окси)уксусную кислоту, является коммерчески доступным гербицидом, который в настоящее время продается как 1-метилгептиловый эфир в виде эмульгируемой концентратной композиции, содержащей 180 грамм эквивалента кислоты на литр композиции. Эмульгируемые концентратные композиции, содержащие более высокие уровни этого эфира и обычные растворители, как было установлено, являются непригодными вследствие ограничений растворимости, патент США 4 108 629 предполагает, что могут быть получены эмульгируемые концентратные композиции, содержащие от 2 до 50 процентов эфиров фтороксипира, но раскрывает только такие композиции, которые содержат до 25 процентов этого соединения.

Смачиваемый порошок и диспергируемые в воде композиции в виде гранул не являлись источником коммерческой прибыли вследствие того, что они не были столь же эффективными, как жидкие композиции. Эффективность таких композиций может быть улучшена добавлением низколетучего органического растворителя, но это является нежелательным из-за того, что они снижают количество фтороксипирового эфира, которое может содержать продукт и еще сохранять приемлемые физические свойства - помимо упомянутых выше недостатков таких растворителей.

Итак, было установлено, что как жидкие, так и твердые сельскохозяйственные композиции на основе фтороксипира, которые содержат пониженное количество органического растворителя или не содержат органического растворителя, но которые имеют хорошие физические свойства и являются высоко эффективными, могут быть получены в том случае, когда в качестве активного ингредиента применяется эфир фтороксипира, который является жидким при комнатной температуре. Такие эфиры имеют точки плавления ниже 25°C и называются здесь жидкими эфирами.

Улучшенные сельскохозяйственные композиции изобретения включают эмульгирующий концентрат, концентрированную водную эмульсию, смачивающий порошок и диспергируемые в воде гранульные сельскохозяйственные композиции, содержащие фтороксипир необязательно в сочетании с одним или несколькими другими совместимыми гербицидами при содержании фтороксипира в виде эфира, который является жидким при 25°C. В особенности это относится к таким эмульгирующимся концентрированным препаративным формам, которые содержат по крайней мере 40 весовых процентов эфира фтороксипира, к концентрированным водным эмульсиям, которые содержат по крайней мере 50 процентов эфира фтороксипира в эмульгированной фазе, к смачивающемуся порошку и к диспергируемым в воде гранулированным композициям, которые не содержат органического растворителя.

Улучшенные сельскохозяйственные композиции изобретения применяются в усовершенствованном способе борьбы с нежелательной растительностью фтороксипира, с помощью которых включает контактирование нежелательных растений с распыляемым раствором, приготовленным разбавлением водой сельскохозяйственной композиции фтороксипира, которая содержит фтороксипир в виде эфира, являющегося жидким при 25°C, необязательно в сочетании с одним или несколькими другими совместимыми гербицидами.

Предпочтительными жидкими эфирами фтороксипира являются 1-бутоксид-2-пропиловый эфир, 1-бутоксид-2-бутиловый эфир и 2-этилгексидовый эфир.

Приготовленные сельскохозяйственные продукты данного изобретения характеризуются тем, что они содержат эфир фтороксипира, являющийся жидким при 25°C. Подходящими эфирами являются 1-бутоксид-2-пропиловый, 1-бутоксид-2-бутиловый, 1-(1-метоксид-2-пропокси)-2-пропиловый, 1-(1-бутоксид-2-пропокси)-2-пропиловый, 1-(1-(1-метоксид-2-пропокси)-2-пропокси)-2-пропиловый, 1-(1-(1-бутоксид-2-пропокси)-2-пропокси)-2-пропиловый и 2-этилгексидовый эфиры. Эти эфиры получают из соответствующих спиртов: 1-бутоксид-2-пропанола (1,2-пропиленгликоль монобутиловый эфир, Dowanol™ PnB), 1-бутоксид-2-бутанола (1,2-бутиленгликоль монобутиловый эфир, Dowanol™ BnB), 1-(1-метоксид-2-пропокси)-2-пропанола (дипропиленгликоль монометиловый эфир, Dowanol™ DPM) 1-(1-бутоксид-2-пропокси)-2-пропанола (дипропиленгликоль монобутиловый эфир, Dowanol™ DPnB) 1-(1-(1-метоксид-2-пропокси)-2-пропокси)-2-пропанола (трипропиленгликоль монометиловый эфир, Dowanol™ TPM) 1-(1-(1-бутоксид-2-пропокси)-2-пропокси)-2-пропанола (трипропиленгликоль монобутиловый эфир, Dowanol™ TPnB) и 2-этилгексиданола.

Ни один из этих эфиров, за исключением 2-этилгексидового эфира, который плавится при 19°C, не может кристаллизоваться при охлаждении ниже 0°C. Предпочтительными обычно являются 1-бутоксид-2-пропиловый, 1-бутоксид-2-бутиловый и 2-этилгексидовый эфиры.

Композиции данного изобретения представляют собой улучшенные композиции по сравнению с ранее известными продуктами, т.к. они имеют уменьшенное количество органических растворителей или совсем исключают их использование, которое является нежелательным для окружающей среды, они являются более концентрированными и, следовательно, более экономичными при транспортировке и хранении, они обычно более эффективны и дают возможность получать стабильные сочетания продуктов с другими гербицидами.

Эфиры фтороксипира данного изобретения могут быть легко получены с использованием хорошо известных в данной области способов, включая способ, описанный в опубликованной Европейской заявке № 441457, который содержит получение метилового или этилового эфира алкилированием соли 4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинола метиловым или этиловым хлорацетатом и последующей трансэстерификацией нужным спиртом.

Эмульгирующиеся концентраты данного изобретения включают все такие композиции, которые содержат, по крайней мере, 40 процентов жидкого эфира фтороксипира. Предпочтительными являются концентраты эмульсий, содержащие, по крайней мере, 50 процентов эфира, а наиболее предпочтительными – содержащие, по крайней мере, 65 процентов эфира. Такие формы, кроме того, в основном характеризуются тем, что они содержат не более, чем 55 процентов растворителя, предпочтительно, не более, чем 45 процентов растворителя и, наиболее предпочтительно – не более, чем 30 процентов растворителя. Могут быть получены и эмульгируемые концентратные композиции, не содержащие добавляемого растворителя, и они являются составной частью изобретения.

Растворители, которые могут быть применены в предлагаемых концентратах эмульсий, включают все приемлемые с точки зрения использования в сельском хозяйстве растворители, в которых являются в значительной степени растворимыми эфиры, представляющие активный ингредиент. Они включают нефтяные растворители ксилолового ряда (такой, как Solvesso™ 100 или 150), нефтяные растворители нафтового ряда (такой, как Solvesso™ 200), растительные масла (такие, как масло сапола, соевое масло и хлопковое масло), производные растительных масел (такие, как метилолеат и метиллаурат), гликолевые эфиры (такие, как монобутиловый эфир пропиленгликоля (Dowanol™ PnB), монометиловый эфир дипропиленгликоля (Dowanol™ DPM) и гликолевые диэфиры (такие, как диметиловый эфир дипропиленгликоля (Proglyde™ DMM) и метилбутиловый эфир дипропиленгликоля (Proglyde™ DMB), циклогексанон, N-метил-2-пирролидон и т.п. Сельскохозяйственно-приемлемый растворитель представляет собой растворитель, который отвечает требованиям для его использования в сельскохозяйственных продуктах по крайней мере в одной стране.

Эмульгирующиеся концентраты данного изобретения, которые иногда называют КЭ, требуют присутствия одного или нескольких поверхностно-активных агентов, способствующих образованию эмульсии из раствора при разбавлении водой. Может быть использован любой сельскохозяйственно-приемлемый поверхностно-активный агент или сочетание поверхностно-активных агентов, которые являются эффективными в получении удовлетворительной эмульсии. Примерами поверхностно-активных агентов, которые могут быть использованы для одного или нескольких жидких эфиров изобретения, являются соли алкилсульфатов (такие, как дизтаноламиновые соли октадецилсульфоната), соли алкиларилсульфоновых кислот (такие, как кальций додецилбензилсульфонат), алкилфенол-алкеновые оксидные аддитивные продукты (такие, как нонилфенил-С₁₈-этоксилат), спирт-алкеновые оксидные аддитивные продукты (такие, как тридециловый спирт-С₁₆-этоксилат), диалкиловые эфиры сульфоянтарной кислоты (такие, как натрий ди-2-этилгексилсульфосукцинат), эфиры сорбита (такие, как олеат сорбита), полиалкиленовые эфиры жирных кислот (такие, как полиэтиленгликоль стеарат), блоксополимеры окиси этилена и окиси пропилена и

пропиленоксиды и соли моно- и диалкилфосфатных эфиров (такие, как калий ди-2-этилгексилфосфат). Некоторые конкретные примеры включают диалкилсульфосукцинаты щелочного металла, продающиеся под названием Anolaid™, блоксополимеры окиси этилена и окиси пропилена, продающиеся под названием Pluronic™ и Atlox™, привитые сополимеры акриловой кислоты и полиалкиленоксидов, продающиеся под названием Atlox™ и этоксилаты жирных спиртов, продающиеся под названием Atlox™. Предпочтительными обычно являются смеси ионных и неионогенных поверхностно-активных веществ. Некоторые конкретные примеры включают смеси кальций додецилбензилсульфоната и блоксополимеров окиси этилена и окиси пропилена, продающиеся под многими названиями, включая Atlox™ и Tensiofix™. Сельскохозяйственно-приемлемыми поверхностно-активными агентами являются поверхностно-активные агенты, которые отвечают требованиям для использования их в сельскохозяйственных продуктах, по крайней мере, в одной стране.

Поверхностно-активные агенты обычно присутствуют в эмульгируемых концентратных композициях в концентрациях от 1 до 20 процентов.

Эмульгирующиеся концентраты необязательно содержат другие сельскохозяйственно-приемлемые вспомогательные вещества, обычно используемые в составных сельскохозяйственных продуктах, такие, как противовспенивающие агенты, способствующие совместимости ингредиентов агенты, пассиваторы, нейтрализующие агенты и буферы, ингибиторы коррозии, красители, средства для придания запаха, вещества, повышающие проницаемость, повышающие смачивающую способность, диспергирующие агенты, загустители, присадки, понижающая температура застывания, антимикробные агенты, масло технических культур и т.п.

Концентрированные водные эмульсионные композиции данного изобретения, которые иногда называют ВКЭ, включают все такие композиции, которые содержат, по крайней мере, 50 процентов жидкого эфира фтороксипира в эмульсионной фазе. Концентрированные водные эмульсионные композиции, содержащие, по крайней мере, 65 процентов эфира фтороксипира в эмульсионной фазе, являются предпочтительными, композиции, содержащие, по крайней мере, 80 процентов, являются более предпочтительными, а наиболее предпочтительными являются обычно композиции, содержащие по крайней мере 90 процентов. Предполагается наличие поверхностно-активного агента в эмульгированной фазе для обеспечения такого содержания. Эти композиции, кроме того, характеризуются содержанием не более чем 45 процентов растворителя, предпочтительно, не более, чем 30 процентов растворителя, более предпочтительно – не более 15 процентов растворителя и, в основном, наиболее предпочтительно – не более, чем 5 процентов растворителя в эмульгированной фазе. Во многих случаях, желательно не иметь растворителя в эмульсионной фазе. Может быть использован любой приемлемый для сельскохозяйственных целей растворитель, который не смешивается с водой и в котором активный эфирный ингредиент является зна-

чительно растворимым. Упомянутые здесь растворители в качестве подходящих для эмульгируемых концентратов являются также в основном подходящими для концентрированных водных эмульсий.

Концентрированные водные эмульсионные композиции требуют присутствия одного или нескольких поверхностно-активных агентов, которые способствуют созданию стабильной при хранении концентрированной эмульсии и которые, кроме того, способны создать разбавленную эмульсию при разбавлении водой. Может быть использован любой приемлемый для сельского хозяйства поверхностно-активный агент или комбинации поверхностно-активных агентов, которые являются эффективными по результатам использования требуемой эмульсии. Подходящими поверхностно-активными агентами являются агенты такого типа, как отмечались для эмульгируемых концентратов. Часто предпочтительными являются блоксополимеры окиси этилена и окиси пропилена. Концентрации поверхностно-активных агентов обычно составляют от 0,05 до 10 процентов по весу от общего веса композиции.

Концентрированные водные эмульсионные композиции, по определению, требуют присутствия водной среды в качестве непрерывной фазы. Должно присутствовать достаточное количество водной фазы для образования устойчивой при хранении эмульсии типа масло-в-воде. Весовые проценты эмульгированной органической фазы в конечных приготовленных продуктах данного изобретения могут достигать 80 процентов, предпочтительными являются весовые проценты ниже 70 процентов и наиболее предпочтительными являются весовые проценты в интервале между 20 процентами и 60 процентами.

Водная среда концентрированных водных эмульсионных композиций обычно содержит депрессатор, понижающий точку замерзания, такой, как пропиленгликоль, этанол, пропанол, этиленгликоль, глицерин, мочевины и хлорид аммония. Часто предпочтительным является пропиленгликоль. Однако, может быть использован любой приемлемый для сельского хозяйства депрессатор температуры замерзания, который не вызывает дестабилизации эмульсии или не снижает эффективность продукта. Водная среда обычно содержит также загущающий агент, способствующий стабилизации эмульсии. Для этой цели обычно используются водорастворимые или диспергируемые в воде полимеры, такие, как поливиниловый спирт, поливинилпирролидон, ксантановая смола, кизельгуровая смола, метилцеллюлоза и гидроксиметил-целлюлоза. Обычно предпочтительным является поливиниловый спирт. Могут быть применены также дополнительные загущающие агенты, включая клей, такие, как бентонит, смолы, такие, как VeegumTM и производные целлюлозы, такие, как AvicelTM.

Концентрированные водные эмульсионные композиции могут также содержать другие совместимые вспомогательные активизирующие вещества, такие, как вещества, перечисленные для эмульгируемых концентратных композиций.

Смачивающийся порошок и вододиспергируемые гранулированные композиции, которые часто

называют как СП и ВДГ препаративные формы, соответственно, в основном содержат от 20 до 80 процентов жидкого эфира фтороксипира в сочетании с тонко измельченным твердым носителем, таким, как глина или двуокись кремния. Типичными являются каолин и осажденная двуокись кремния, аналогичная той, которая продается под названием SupernatTM. Нежелательными являются твердые композиции такого типа, содержащие более высокие концентрации жидких эфиров фтороксипира из-за их тенденции к агломерации. Такие композиции, содержащие более низкие концентрации, имеют тенденцию к снижению рентабельности при их создании. В основном, предпочтительными являются концентрации фтороксипирового эфира от 35 до 65 процентов.

Или же, смачивающиеся порошки могут быть получены растылением-высушиванием водной эмульсии жидкого эфира фтороксипира, содержащей водорастворимые полимеры, такие, как поливиниловый спирт, в водной фазе. Вододиспергируемые гранулы могут быть получены агломерацией образующихся продуктов. В основном, предпочтительными являются такие продукты, которые содержат от 40 до 80 процентов фтороксипирового эфира.

Смачивающиеся порошковые и вододиспергируемые гранулированные композиции требуют присутствия поверхностно-активного агента. Может быть применен любой приемлемый для сельского хозяйства поверхностно-активный агент, способный к созданию суспензии твердых частиц при разбавлении продукта водой, и совместимый с другими компонентами композиции. Полезными обычно являются поверхностно-активные агенты, перечисленные выше для эмульгируемых концентратов. Часто предпочтительными являются смеси ионных и неионогенных поверхностно-активных веществ в случае носителя на основе осажденной двуокиси кремния. Поверхностно-активные агенты обычно присутствуют в интервале от 3 до 20 процентов.

В смачиваемых порошковых и вододиспергируемых гранулированных композициях часто используются вспомогательные активизирующие вещества. Так, главным образом, могут применяться агенты, способствующие диспергированию частиц, агенты, предотвращающие слеживание, агенты, улучшающие свободную подвижность и другие активизирующие агенты, которые были упомянуты выше для эмульгирующихся концентратов.

Составы вододиспергируемых гранулированных композиций являются обычно очень простыми по сравнению с составами смачивающихся порошков. Они готовятся, в основном, агломерацией смачивающихся порошков химическими и/или физическими способами.

Композиции данного изобретения используются также для получения комбинированных продуктов, содержащих помимо жидкого эфира фтороксипира, один или несколько других совместимых гербицидов. В этих воплощениях изобретения составленные композиции данного изобретения сочетаются с другими совместимыми гербицидами в виде любых технических веществ или составных продуктов с целью получения комбинированных составных продуктов. Присутствие жидкого эфира

фтороксипира в композициях, содержащих смесь гербицидов, сообщает композициям как химическую, так и физическую стабильность. Кроме того, присутствие жидкого эфира фтороксипира часто значительно снижает фитотоксичность желаемых сельскохозяйственных продуктов, с которой часто приходится сталкиваться при применении комбинированных продуктов, включающих стандартный эмульгируемый концентрат стандартного эфира фтороксипира. В результате, могут быть получены коммерчески приемлемые гербицидные смешанные композиции, которые являются неприемлемыми при использовании стандартных эфиров фтороксипира из-за их химической, биохимической или физической несовместимости.

Другой совместимый гербицид представляет собой гербицидный продукт, не являющийся солью или эфиром кислоты на основе фтороксипира, при присутствии которого в композиции, содержащей жидкий эфир фтороксипира не возникает коммерчески ощутимого вредного воздействия на химические или физические свойства композиции и который не имеет коммерчески заметного вредного эффекта на уровень гербицидной активности или селективности гербицидной активности указанного жидкого эфира фтороксипира.

Возможно создание комбинированных продуктов с большим разнообразием гербицидов, включая сульфонамиды (такие, как флуметсулам и метосулам), сульфониомочевины (такие, как хлорсульфурон и ульфурен-метил трифенсульфурон трибенурон, триазульфурон и амидосульфурон), бифениловые эфиры (такие, как бифенокс и фторгликофен), феноксиалкановые кислоты и эфиры (такие, как 2,4-D, МУПА и МЦПП), галогенированные феноловые эфиры (такие, как бромоксилоктаноат и оксинилгептаноат), мочевины (такие, как изопротурон, хлортолуран и метабензтиазурон), триазины (такие, как цианазин, атразин и тербутрин), арилоксифеноксипропионатные эфиры (такие, как феноксапрон, клозифафоп, галоксифоп, дихлофоп и флузафоп), бромфеноксим: бентазон, дикамба, дифлуфеникан, флулоксам, клопиралид, триклопир, глифосат и глюфосинат).

Иногда предпочтительными являются комбинированные продукты с метосуламом и бифеноксом.

Физические и химические свойства гербицида, сочетаемого с композиционными продуктами данного изобретения, обычно определяет тип композиции (эмульгирующийся концентрат, концентрированная водная эмульсия, смачивающийся порошок или вододиспергируемые гранулы). Концентрация жидкого эфира фтороксипира в таких комбинированных продуктах обычно ниже, чем в продуктах, где он является единственным активным ингредиентом. Общая концентрация гербицидных соединений в комбинированных продуктах, являющихся эмульгируемыми концентратами, составляет обычно 40 процентов, предпочтительно 50 процентов и наиболее предпочтительно - 65 процентов. Общая концентрация гербицидных соединений в таких продуктах, которые представляют собой концентрированные водные эмульсии, обычно составляет, по крайней мере, 50 процентов, предпочтительно, по крайней мере,

65 процентов, более предпочтительно, по крайней мере, 80 процентов и наиболее предпочтительно - по крайней мере, 90 процентов. Некоторые концентрированные водные комбинированные эмульсии не содержат добавленного растворителя в эмульгированной фазе. Общая концентрация гербицидных соединений в таких продуктах, которые являются смачивающимися порошками или вододиспергируемыми гранулами, составляет, по крайней мере, 20 процентов, предпочтительно, по крайней мере, 35 процентов.

Концентрация активного ингредиента - жидкого эфира фтороксипира в композициях данного изобретения может быть выражена многими способами. Наиболее четкой мерой этой величины является весовой процент эфира в твердой композиции или вес эфира на единицу объема жидкой композиции. Однако, как правило, более полезным считается выражение концентрации в виде эквивалентного веса фтороксипировой кислоты в композиции, т.к. в конечном счете кислота является активным ингредиентом. Эквивалент фтороксипировой кислоты (ае) рассчитывается умножением веса конкретного примененного фтороксипирового эфира на отношение молекулярной массы фтороксипировой кислоты (255.0) к молекулярной массе эфира.

Композиции данного изобретения используются для борьбы с нежелательной растительностью. Они обычно разбавляются водой, необязательно содержащей приемлемые для сельского хозяйства вспомогательные добавки, перед их применением на нежелательных растениях с тем, чтобы получить распылительный раствор для содержащего эффективное в гербицидном отношении количество эфира фтороксипира. Затем, разбавленные сельскохозяйственные композиции используются с применением стандартных известных в данной области методов.

Пример 1. Получение концентрированных эмульсий типа масло-в-воде.

Композиция A-PnB: Водную смесь получают добавлением 0,1 г блоксополимера окиси пропилена-окиси этилена в качестве неионогенного поверхностно-активного вещества, 0,1 г поверхностно-активного вещества - натриевой соли диалкилсульфоянтарной кислоты, 0,1 г поливинилового спирта - суспандирующего агента и 0,3 г пропиленгликоля - депрессатора температуры замерзания - к 5,4 г воды, и к смеси при интенсивном перемешивании слоев добавлялось 5,3 г приблизительно 98 процентной чистоты 1-бутоксид-2-пропил ((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил) окси)ацетата. Было получено десять мл тонкой капельно-стабильной эмульсии, которая имела удельный вес 1,13 и содержала 360 грамм-эквивалент фтороксипировой кислоты на литр.

Композиция A-EH: Была осуществлена методика, описанная для композиции A-PnB, за исключением того, что добавленным эфиром был 2-этилгексил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетат. Было получено десять мл тонкой капельно-стабильной эмульсии, которая имела удельный вес 1,13 и содержала 360 грамм-эквивалент фтороксипировой кислоты на литр.

Композиция A-BnB: Была осуществлена методика, описанная для композиции A-PnB, за исклю-

чением того, что было добавлено 5,5 г приблизительно 98-процентной чистоты эфира 1-бутокси-2-пропил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата и 5,6 г воды, но не использовался пропиленгликоль. Было получено десять мл тонкой капельно-стабильной эмульсии, которая имела удельный вес 1,14 и содержала 360 грамм-эквивалента фтороксипировой кислоты на литр.

Композиция В-ЕН: Была получена смесь, содержащая (по весу) 290 частей воды, 60 частей этоксилата жирного спирта в качестве поверхностно-активного вещества и 50 частей пропиленгликоля - в качестве депрессатора температуры замерзания, и к этой смеси была добавлена при интенсивном перемешивании слоев вторая смесь, содержащая (по весу) 200 частей метилолеата и 520 частей 2-этилгексил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата. Была получена стабильная эмульсия, которая имела удельный вес 1,12 и содержала 360 грамм-эквивалент фтороксипировой кислоты на литр.

Пример. 2. Получение эмульгирующихся концентратов (КЭ).

Композиция С-ЕН: Метиллаурат (450 частей по весу) помещался в сосуд и к нему добавлялось 100 частей по весу смеси кальций додецилбензилсульфоната в качестве ионного поверхностно-активного вещества и неионогенные поверхностно-активные вещества и 520 частей по весу 2-этилгексил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата. Был получен прозрачный раствор, имеющий удельный вес 1,07 и содержащий 360 грамм-эквивалент фтороксипировой кислоты на литр.

Композиция D-PnB: Были смешаны между собой с получением 10 мл прозрачной смеси следующие ингредиенты: 8,0 г приблизительно 98-процентной чистоты 1-бутокси-2-пропил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата, 2,4 г смеси растворителя - метилбутилового эфира дипропиленгликоля, 1,2 г смеси ионного поверхностно-активного вещества кальций додецилбензилсульфоната и неионогенных поверхностно-активных веществ. Образующаяся прозрачная эмульгируемая жидкость имела удельный вес 1,16 и содержала 540 грамм-эквивалент фтороксипировой кислоты на литр.

Композиция D-ЕН: Была повторена методика, приведенная для композиции D-PnB с использованием следующих ингредиентов: 7,6 г приблизительно 98-процентной чистоты 2-этилгексил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата, 2,67 г растворителя - дипропиленгликоля диэтилового эфира и 1,34 г поверхностно-активной смеси. Образующаяся прозрачная эмульгируемая жидкость имела удельный вес 1,16 и содержала 540 грамм-эквивалента фтороксипировой кислоты на литр.

Композиция E-PnB: Смесь ионного поверхностно-активного вещества - кальций додецилбензилсульфоната и неионогенных поверхностно-активных веществ (200 частей по весу) добавлялась к 1040 вес. частям 1-бутокси-2-пропил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата при перемешивании. Был получен вязкий раствор, который имел удельный вес 1,24 и со-

держал 720 грамм-эквивалент фтороксипировой кислоты на литр.

Композиции F-BnP, F-DPM, F-EN и F-BnB:

Была использована общая методика композиции D-ЕН для получения ЕС композиций, содержащих 540 г-экв. кислоты при использовании 1-бутокси-2-пропилового, 1-(1-метокси-2-пропокси)-2-пропилового, 2-этилгексилового и 1-бутокси-2-бутилового эфиров, соответственно. Используемый поверхностно-активный агент представлял собой смесь ионного поверхностно-активного вещества - кальций додецилбензилсульфоната и неионогенных поверхностно-активных веществ, а в качестве растворителя использовался Proglyde DMB (диметиловый эфир дипропиленгликоля). Составы композиций (для получения 10 мл композиции) даются в следующей таблице:

Таблица 1

	F-BnP	F-DPM	F-EN	F-BnB
Вес эфира (г)	8,1	8,3	7,9	8,3
Вес поверхностно-активного вещества (г)	1,3	1,3	1,3	1,3
Вес растворителя (г)	2,2	2,0	2,4	2,0

Пример 3. Получение смачивающихся порошков (СП)

Композиция G-PnB: 1-бутокси-2-пропил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетат (58,0 г приблизительно 98-процентной чистоты) слабо нагревался для улучшения его свойств, связанных с застыванием, и затем смешивался с 32,0 г осажденной двуокиси кремния в высокоскоростном измельчителе/смесителе. Добавлялось десять грамм смеси солей алкилбензилсульфоновой кислоты, солей алкилсульфата и солей нонилфенолэтоксидированного сульфоната (анионные поверхностно-активные вещества) и этоксидированного нонилфенола (неионогенное поверхностно-активное вещество), абсорбированных на осажденной двуокиси кремния - в качестве смачивателя/диспергирующего агента - и смесь перемешивалась с получением тонкоизмельченного увлажняемого порошка, содержащего 40 вес. процент-эквив. фтороксипировой кислоты.

Композиция G-ЕН: Была повторена методика, описанная для композиции G-PnB, за исключением того, что было применено 57,5 г эфира приблизительно 98-процентной чистоты - 2-этилгексил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата и было использовано только 9,0 г смачивателя/диспергирующего агента и 32,5 г осажденной двуокиси кремния. Был получен смачиваемый порошок, содержащий 40 вес. процентов эквивалента фтороксипировой кислоты.

Композиция G-BnB: Была повторена методика, описанная для композиции G-PnB, за исключением того, что было использовано 61,3 г эфира 1-бутокси-2-бутил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата приблизительно 96-процентной чистоты и только 9,0 г смачивателя/диспергирующего агента и 29,7 г осажденной двуокиси кремния. Был получен смачиваемый порошок, содержащий 40 весовых процентов эквивалента фтороксипировой кислоты.

Композиция G-DMP: Была повторена методика, описанная для композиции G-PnB, за исключением того, что было использовано 61,3 г эфира 1-(1-метокси-2-пропокси)-2-пропил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата приблизительно 95-процентной чистоты и только 9,0 г смачивателя/диспергирующего агента и 29,4 г осажденной двуокиси кремния. Был получен смачиваемый порошок, содержащий 40 весовых процентов эквивалента фтороксипировой кислоты.

Композиция H-PnB: Готовилась однородная смесь мелкодисперсного каолина (100 частей по весу) и осажденной двуокиси кремния (290 частей по весу) и к этой смеси при перемешивании в измельчителе/смесителе добавлялось 520 частей по весу приблизительно 98-процентной чистоты 1-бутоксид-2-пропил((4-амино-3,5-дихлор-6-фтор-2-пиридинил)окси)ацетата и затем 90 частей по весу смеси солей алкилбензилсульфоновой кислоты, солей алкилсульфата и солей нонилфенолэтоксифированного сульфоната (анионные поверхностно-активные вещества) и этоксилированный нонилфенол (неионогенное поверхностно-активное вещество), абсорбированных на осажденной двуокиси кремния. Продукт перемешивался с получением легко подвижного смачиваемого порошка, содержащего 36 процентов по весу эквивалента фтороксипировой кислоты.

Пример 4. Гербицидная активность препаративных форм. Растения, используемые для оценки эффективности различных композиционных фтороксипировых эфиров, были выращены в тепличных условиях, способствующих их росту, и при подопытном орошении. Примененные виды растений и стадии их роста, при которых они были использованы для испытаний, были следующими:

galim aparine, 2-3 мутовки (GALAP); Zaminium purpureum, 4-8 листочков (LAMPUP); Rumex obtusifolius, 2-12 листочков (PUMOB), при этом "листочки" подразумеваются как настоящие распустившиеся листочки.

Распыляемые растворы готовились разбавлением измеренного количества каждой композиции, подлежащей испытанию, с использованием Zetcombe, английской водопроводной воды для достижения нужных самых высоких концентраций. Растворы для напыления, содержащие меньшее количество активного ингредиента, готовились из этих растворов серией разбавлений. Растения подвергались опрыскиванию при использовании накладного направленного распылителя, оборудованного сопловой форсункой TeeJet™ 8003 с давлением в резервуаре 200 кПа (килоПаскаль) при количестве распыляемого раствора, эквивалентном общему объему в 200 литров на гектар. В каждом опыте были испытаны от пяти до семи концентраций распыляемых растворов и для сравнения были приготовлены необработанные образцы. При каждой обработке было сделано от пяти до десяти повторений.

Гербицидное воздействие после каждой обработки определялось на 14-21 дни или на 21-23 дни после обработки при использовании оценочной шкалы от 0 до 100, где 0 обозначает отсутствие воздействия, а 100 обозначает полное уничтожение. Полученные данные подвергались статистическому анализу и были рассчитаны значения GR₈₀ (концентрация, требуемая для уничтожения 80 процентов) или GR₆₀ (концентрация, требуемая для уничтожения 60 процентов). Результаты для одной дозированной нормы приведены в следующих таблицах.

а) Гербицидная активность эмульгирующихся концентратов (КЭ) (через 21 день после обработки)

Таблица 2

Эфир фтороксипира	Композиция (пример №)	Гербицидная активность при 200 г-экв. кислоты на га		Гербицидная активность GR ₈₀ г-экв. кислоты на га	
		GALAR	LAMPUP	GALAR	LAMPUP
1-бутоксид-2-пропиловый	360 г-экв. кислоты/Л (D-PnB)	99	97	48	91
2-этилгексиловый	360 г-экв. кислоты/Л (D-EH)	98	85	40	95
1-метилгептиловый*	180 г-экв., кислоты/Л коммерческой композиции	100	86	40	132

*Стандарт для сравнения

в) Гербицидная активность КЭ (В) (через 23 дня после обработки)

Таблица 3

Эфир фтороксипира	Композиция (пример №)	Гербицидная активность при 180 г-экв. кислоты/га		Гербицидная активность GR ₆₀ г-экв. кислоты/га	
		GALAR	RUMOB	GALAR	RUMOB
1-бутоксид-2-пропиловый	540 г-экв. кислоты/Л (F-PnB)	78	80	52	32
2-этилгексиловый	540 г-экв. кислоты/Л (F-EH)	87	76	34	20
1-бутоксид-2-бутиловый	540 г-экв. кислоты/Л (F-BnB)	78	76	32	32
1-(1-метокси-2-пропокси)-2-пропиловый	540 г-экв. кислоты/Л (F-DPM)	84	78	55	63
1-метилгептиловый*	180 г-экв. коммерческой композиции	86	80	67	25

*Стандарт для сравнения

с) Гербицидная активность водных концентрированных эмульсий (ВКЭ) (через 14 дней после обработки)

Таблица 4

Эфир фтороксира	Композиция (пример №)	Гербицидная актив- ность при 180 (#) или 200 г/га		Гербицидная актив- ность GR ₆₀ г-экв. кислоты/га	
		GALAR	RUMOB	GALAR	RUMOB
1-бутокси-2-пропиловый	360 г-экв.кислоты/Л (А-РnВ)	93	86	<25	87
2-этилгексиловый	360 г-экв.кислоты/Л (А-ЕН)	92	93	48	83
1-бутокси-2-бутиловый	360 г-экв.кислоты/Л (А- ВnВ)	94#	87#	35	38
1-метилгептиловый*	360 г-экв.кислоты/Л водной суспензии концентрата	78	73	158	>400
*Стандарт для сравнения					

д) Гербицидная активность смачивающихся порошков (СП) (через 21-23 дня после обработки)

Таблица 5

Эфир фтороксира	Композиция (пример №)	Гербицидная актив- ность при 180 (#) или 200 г/га		Гербицидная актив- ность GR ₆₀	
		GALAR	RUMOB	GALAR	RUMOB
1-бутокси-2-пропиловый	40% экв. кислоты (G-PnВ)	88	93	44	63
2-этилгексиловый	40% экв.кислоты (G-ЕН)	83	95	58	52
2-бутокси-2-бутиловый	40% экв.кислоты (G-BnВ)	84#	82#	69	38
1-(1-метокси-2-пропокси)- 2-пропиловый	40% экв.кислоты (G-DPM)	82#	75#	69	55
1-метилгептиловый*	40% экв.кислоты (G-MH)	43	30	347	478
*Стандарт для сравнения					

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60x84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22