

# PATENTOVÝ SPIS

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2003-502**  
(22) Přihlášeno: **30.08.2001**  
(30) Právo přednosti: **31.08.2000 DE 20001/0043122**  
(40) Zveřejněno: **13.08.2003**  
**(Věstník č. 8/2003)**  
(47) Uděleno: **16.03.2009**  
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku **22.04.2009**  
**(Věstník č. 16/2009)**  
(86) PCT číslo: **PCT/EP2001/010001**  
(87) PCT číslo zveřejněno: **WO 2002/017718**

(11) Číslo dokumentu:

## 300 339

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:  
**A01N 47/36 (2006.01)**

(56) Relevantní dokumenty:

WO 98/34482 A; WO 98/42192 A; EP 764 404 A; EP 124 295 A; CZ 285 462 B.

(73) Majitel patentu:

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, Ludwigshafen, DE

(72) Puvodce:

Jäger Karl-Friedrich, Limburgerhof, DE

Zagar Cyrill, Ludwigshafen, DE

(74) Zastupce:

JUDr. Otakar Švorčík, Hálkova 2, Praha 2, 12000

(54) Název vynálezu:

**Způsob přípravy pevného herbicidního  
prostředku**

(57) Anotace:

Způsob přípravy pevného herbicidního prostředku, který obsahuje: a) herbicid ze skupiny sulfonylmočovin nebo jejich zemědělsky použitelných solí, b) popřípadě jeden nebo více dalších herbicidů, c) popřípadě safener, d) nejméně jednu formulační přísadu, přičemž uvedená sulfonylmočovinová složka je suspendována ve vodě a) s nebo bez jednoho nebo více dalšími herbicidy, b) a s nebo bez jednoho safeneru, c) a alespoň jednou formulační přísadou. Výsledkem je suspenze, která je upravena na pH 6,5 až 8 přidáním kyseliny nebo zásady a sušena do formy pevného prostředku.

**CZ 300339 B6**

## Způsob přípravy pevného herbicidního prostředku

### Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu přípravy pevného herbicidního prostředku na bázi sulfonylmočoviny, s nebo bez přísady dalších herbicidů a s nebo bez stabilizátorů a formulačních přísad.

10

Herbicidně účinné sulfonylmočoviny jsou známy z dosavadního stavu techniky, například z EP 388 873, EP 559 814, EP 291 851 a DE 40 07 683 a z konference „Fluor v zemědělství“, 9. až 11. ledna, 1995, Manchester, kapitola „New Fluoro Intermediates for Herbicidal Sulfonylureas“.

15

Tato obecná třída sloučenin také zahrnuje tritosulfuron, který má vzorec Ia, který je zejména výhodnou sulfonylmočovinou pro přípravu pevných prostředků podle vynálezu.

Prostředky, založené na sulfonylmočovinně jsou uvedeny například v EP-A 0859 548 a v EP-A 0955 809.

20

Z této literatury je známo, že směsi, obsahující sulfonylmočoviny jsou problematické z hlediska stability účinných složek, neboť účinné složky se mohou za určitou dobu při nevhodných podmínkách rozkládat. V takovém případě požadované herbicidní účinky zanikají. Problémem je také tendence k rozkladu, neboť registrační požadavky vyžadují určité minimální hodnoty pro stabilitu látek, přidávaných do prostředků k ochraně rostlin, u nichž se žádá o registraci.

25

JP 62/084 004 popisuje použití uhličitanu vápenatého a tripolyfosfátu sodného pro stabilizaci prostředků, obsahujících sulfonylmočovinu.

30

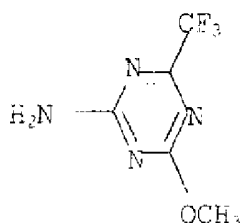
JP 63/023 806 popisuje řešení problému použitím určitých nosičů a rostlinných olejů pro přípravu pevných prostředků, obsahujících sulfonylmočovinu. JP 08/104 603 popisuje podobné účinky, které se dají dosáhnout, když se použijí epoxidované přírodní oleje. Obě shora zmíněné přihlášky zahrnují znak použití rostlinných olejů v pevném prostředku za účelem dosažení využitelné, a ne pouze vylepšené, stability, ale také se u nich projevuje účinek, spočívající ve zvýšení aktivity těchto látek, které působí jako adjuvanty.

35

Podobné účinky jsou využitelné, pokud se do kapalných prostředků přidávají rostlinné oleje (obecně jde o suspenzní koncentráty; viz EP A 313 317 a EP A 554 015).

40

Tendence tritosulfuronu vzorce Ia k rozkladu je zaznamenatelná například tím, že obsah účinné složky klesá nebo dochází k rozkladu produktu jako takového, například obsah 2-amino-4-methoxy-6-trifluormethyltriazinu (AMTT) vzorce A



(A)

roste.

45

EP-A 0124 295 uvádí, že stabilní vodné směsi určitých sulfonylmočoviny se dají získat přidáním vodných suspenzí účinných složek, zemědělských solí karboxylových kyselin nebo anorganických kyselin, jejichž pH je mezi 6 a 10.

EP-A 0124 295 jako jediný popisuje vodné prostředky.

Úkolem vynálezu je vyřešit způsob přípravy pevných prostředků s obsahem sulfonylmočovín jako účinných přísad, které mají skladovací životnost výrazně lepší, než prostředky podle dosa-  
5 vadního stavu techniky.

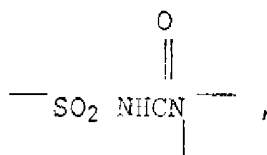
Podstata vynálezu

Zjistili jsme, že tento úkol je vyřešen podle vynálezu způsobem přípravy pevné herbicidní pro-  
10 středky, obsahující

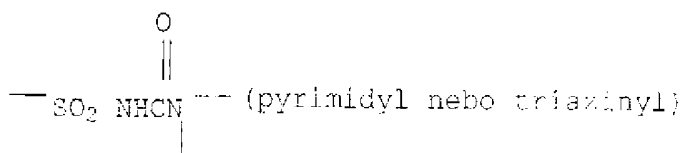
- a) herbicid ze skupiny sulfonylmočovín nebo jejich zemědělsky použitelných solí,
- b) žádný, jeden nebo více dalších herbicidů,
- c) popřípadě safener,
- 15 d) jeden nebo více formulačních přísad,

při kterém se suspenduje sulfonylmočovina (a), s nebo bez jednoho nebo více dalších herbicidů (b) a s nebo bez safeneru (c) a s jednou nebo více formulačními přísadami (d) ve vodě za vzniku, suspenze, jejíž pH se upraví na 6,5 až 8 přidáním kyseliny nebo báze, a pak se suší, což poskytne  
20 pevný prostředek.

Vhodné močoviny a) jsou, všeobecně řečeno, sloučeniny obsahující strukturální jednotku

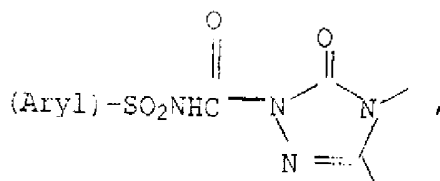


zejména strukturální jednotku

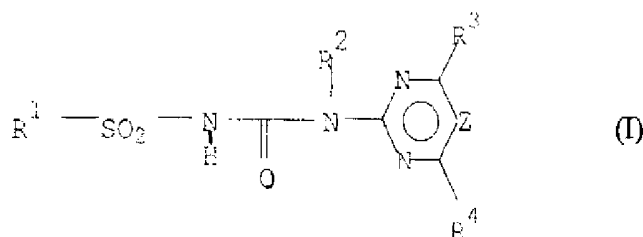


25

nebo strukturální jednotku



Výhodnými sulfonylmočovínami, které se používají jako sulfonylmočoviny vzorce I, jsou



kde obecné substituenty mají následující významy:

5  $R^1$  je N-( $C_1$  až  $C_4$ -alkyl)-N-( $C_1$  až  $C_4$ -alkylsulfonyl)amino nebo aromatický nebo hetero-  
aromatický kruh, vybraný ze souboru, do kterého patří fenylyl, benzyl, 1H-pyrazol-5-yl, pyri-  
din-2-yl, thiofen-3-yl a imidazo[1,2-a]pyridin-3-yl, přičemž je možné, aby na aromatic-  
kém kruhu byly popřípadě navázány jeden až tři substituenty, vybrané ze skupiny, do které  
10 patří halogen,  $C_1$  až  $C_4$ -alkyl,  $C_1$  až  $C_4$ -haloalkyl,  $C_1$  až  $C_4$ -alkoxy,  $C_1$  až  $C_4$ -haloalkoxy,  $C_1$   
až  $C_4$ -alkoxy- $C_1$  až  $C_4$ -alkyl, karboxyl,  $C_1$  až  $C_4$ -alkoxykarbonyl, 3-oxetanyloxykarbonyl,  
aminokarbonyl,  $C_1$  až  $C_4$ -alkylaminokarbonyl, di-( $C_1$  až  $C_4$ -alkyl)aminokarbonyl,  $C_1$  až  $C_4$ -  
alkylsulfonyl, formylamino,  $C_1$  až  $C_4$ -alkylkarbonylamino, ( $C_1$  až  $C_4$ -alkylkarbonylamino)-  
15  $C_1$  až  $C_1$  alkyl,  $C_1$  až  $C_4$ -alkylsulfonylamino, ( $C_1$  až  $C_4$ -alkylsulfonylamino)- $C_1$  až  $C_4$ -  
alkyl.

15  $R^2$  je vodík nebo methyl

$R^3$  a  $R^4$  nezávisle jeden na druhém jsou halogen,  $C_1$  až  $C_4$ -alkyl,  $C_1$  až  $C_4$ -haloalkyl,  $C_1$  až  
20  $C_4$ -alkoxy,  $C_1$  až  $C_4$ -haloalkoxy, amino,  $C_1$  až  $C_4$ -alkylamino, di-( $C_1$  až  $C_4$ -alkyl)amino;

20 Z je N, CH;

nebo jejich zemědělsky použitelné soli.

Zejména výhodné sulfonylmočoviny vzorce I jsou

25 ACC 322140;

amidosulfuron;

30 azimsulfuron (N-[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]karbonyl]-1-methyl-4 (2-methyl-  
2H-tetrazol-5-yl)-1H-pyrazol-5-sulfonamid];

bensulfuronmetyl (metyl 2-[[[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]karbonyl]amino]-  
sulfonyl]methyl]benzoát);

35 etyl 2-[[[[[(4-chloro-6-methoxy-2-pyrimidinyl)amino]karbonyl]amino]sulfonyl]benzoát  
(chlorimuronetyl);

2-chlor-N-[[[(4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl)amino]karbonyl]benzensulfonamid  
(chlorsulfuron);

40 chlorsulfxim;

cinosulfuron;

45 cyclosulfamuron;

etametsulfuronmetyl (metyl 2-[[[[[4-etoxy-6-(methylamino)-1,3,5-triazin-2-yl]amino]-  
karbonyl]amino]sulfonyl]benzoát);

50 etoxysulfuron;

flzasulfuron;

55 flupyr-sulfuron (metyl 2-[[[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]karbonyl]amino]sulfonyl]-6-  
(trifluormetyl)-3-pyridinkarboxylát);

halosulfuronmetyl:

imazosulfuron:

5

metyl 2-[[[(4-metoxy-6-metyl-1,3,5-triazin-2-yl)amino]karbonyl]amino]sulfonyl]benzoát  
(metsulfuronmetyl);

10

nicosulfuron (2-[[[(4,6-dimetoxi-2-pyrimidinyl)amino]karbonyl]amino]sulfonyl] N,N-di-  
metyl-3-pyridinkarboxamid);

oxasulfuron:

15

primisulfuron (metyl 2-[[[[[4,6-bis(difluormetoxi)-2-pyrimidinyl]amino]karbonyl]amino]-  
sulfonyl]benzoát);

prosulfuron:

20

pyrazosulfuronetyl (etyl 5-[[[(4,6-dimetoxi-2-pyrimidinyl)amino]karbonyl]amino]sulfonyl]-  
1-metyl-1H-pyrazol-4-karboxylát);

rimsulfuron (N-[[[(4,6-dimetoxi-2-pyrimidinylamino]karbonyl]-3-(etylsulfonyl)-2-pyridin-  
sulfonamid);

25

sulfosulfuron:

sulfometuronmetyl (metyl 2-[[[(4,6-dimetyl-2-pyrimidinyl)amino]karbonyl]amino]sulfonyl]-  
benzoát);

30

thifensulfuronmetyl (metyl 3-[[[(4-metoxi-6-metyl-1,3,5-triazin-2-yl)amino]karbonyl]-  
amino]sulfonyl]-2-thiofen karboxylát);

2-(2-chloretoxy)-N-[[[(4-metoxi-6-metyl-1,3,5-triazin-2-yl)amino]karbonyl]benzensulfon-  
amid (triasulfuron);

35

tribenuronmetyl (metyl 2-[[[N-(4-metoxi-6-metyl-1,3,5-triazin-2-yl)-N-metylamino]-  
karbonyl]amino]sulfonyl]benzoát);

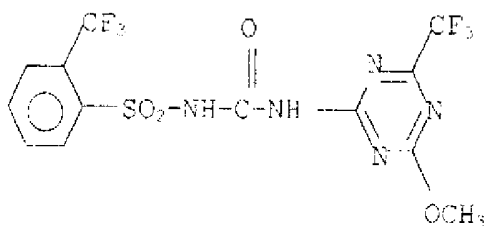
40

triflusulfuronmetyl (metyl 2-[[[[4-(dimetylamino)-6-(2,2,2-trifluoretoxy)-1,3,5-triazin-2-yl]-  
amino]karbonyl]amino]sulfonyl]-3-metylbenzoát) a

tritosulfuron (N[[[4-metoxi-6-(trifluorometyl)-1,3,5-triazin-2-yl]amino]karbonyl]-2-(tri-  
fluorometyl)benzensulfonamid),

45

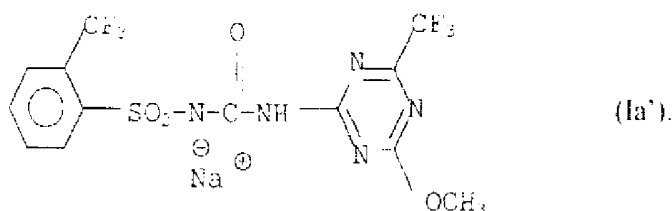
vzorci 1a



(1a).

a sodná sůl tritosulfuronu (N-[[4-metoxy-6-(trifluorometyl)-1,3,5-triazin-2-yl]amino]karbo-  
nyl] 2 (trifluorometyl)benzensulfonamidu, monosodná sůl),

vzorci Ia'



5

Zejména jsou výhodné tritosulfuron a sodná sůl tritosulfuronu.

Sulfonylmočoviny a) nebo jejich zemědělsky použitelné soli se používají v procentuálním množ-  
ství, počítáno na hmotnost pevného prostředku, mezi 0,5 a 85 % hmotnostními, zejména mezi 25  
10 a 75 % hmotnostními.

Způsob podle vynálezu se může uskutečnit s nebo bez společného použití jednoho nebo více dal-  
ších herbicidů. Příklady vhodných herbicidů b) jsou cinidon-etyl, florasulam, flukarbazon, pro-  
karbazon, bentazon, dicamba, MCPA, mecoprop-P, elefoxidim, cycloxidim a jejich zemědělsky  
15 použitelné soli.

Zejména jsou výhodné cinidon-etyl, flukarbazon, prokarbazon a dicamba.

Doprovázející herbicid b) je fakultativní. Pokud se používají společně, je jejich množství, či  
20 množství jejich zemědělsky použitelných solí, mezi 0,5 a 75 % hmotnostními, počítáno na pevný  
prostředek.

Způsob podle vynálezu se také může provádět s nebo bez společného použití safeneru c).  
Příklady vhodných safenerů c) jsou cloquintocet, cloquintocet-mexyl, dicyclonon, furilazol, fen-  
25 chlorazol, fenchlorazol-etyl, mefenpyr, mefenpyr-dietyl, isoxadifen, isoxadifen etyl a jejich  
zemědělsky použitelné soli.

Zejména jsou výhodné dicyclonon, isoxadifen a isoxadifen-etyl.

Přídavek safeneru c) do prostředku podle vynálezu je fakultativní. Pokud se používají společně,  
30 je jejich množství nebo množství jejich zemědělsky použitelných solí mezi 0,5 a 50 % hmotnost-  
ními, počítáno na pevný prostředek.

Kromě shora uvedených složek a), b) a c) se při způsobu podle vynálezu používají formulační  
35 přísady v množství od 15 do 99,5 % hmotnostních.

Povrchově aktivní činidla, která jsou v tomto kontextu vhodná, jsou soli alkalických kovů, kovů  
alkalických zemin nebo amoniové soli aromatických sulfonových kyselin, například lignosulfon-  
40 nové kyseliny, fenolsulfonové kyseliny, naftalensulfonové kyseliny a dibutylnaftalensulfonové  
kyseliny, a mastné kyseliny; alkylnpolyglykosidy, kondenzáty sulfonovaného naftalenu a jeho  
derivátů s formaldehydem, kondenzáty naftalenu nebo naftalensulfonových kyselin s fenolem  
a formaldehydem, kondenzáty fenolu nebo fenolsulfonové kyseliny s formaldehydem, konden-  
záty fenolu s formaldehydem a siřičitanem sodným, polyoxyetylenoktylfenyléter, etoxylovaný  
isooktyl, oktyl nebo nonylfenol, tributylfenyl polyglykol éter, alkylarylpolyéter alkoholy, isotri-  
45 decyl alkohol, kondenzáty alkohol/etylenoxid, etoxylovaný ricinový olej, polyoxyetylenalkyl-  
étery, etoxylované triarylfenoly, soli fosfátovaných triarylfenoletoxylátů, polyoxypropylenalkyl-  
étery, laurylalkoholpolyglykoléter acetát, estery sorbitolu, ligninsulfitové odpadní louhy nebo  
metylcelulóza, nebo směsi jmenovaných sloučenin.

Povrchově aktivní činidla se používají do prostředku podle vynálezu v množství obecně od 0,5 do 50 % hmotnostních, počítáno na celkovou hmotnost pevné směsi.

- 5 Vhodné nosiče jsou například minerální zeminy jako jsou siliky, silikagely, silikáty, mastek, kaolin, attaclay, vápenec, křída, spraš, jíl, dolomit, diatomická zemina, síran vápenatý, síran hořečnatý, oxid hořečnatý, syntetické zeminy, hnojiva jako je síran amonný, fosforečnan amonný, dusičnan amonný, thiomčovina a močovina, produkty rostlinného původu jako jsou obilné mouky, moučka z kůry stromů, dřevní moučka a moučka z ořechových skořápek, celulózové prášky, attapulgit, montmorilonity, slídy, vermikulity, syntetické siliky a syntetické vápenaté silikáty, nebo směsi jmenovaných látek.

Dále se dají jako přísady použít následující látky, které jsou samy o sobě známé:

- 15 Pojiva jako jsou:

polyvinylpyrrolidon, polyvinylalkohol, parciálně hydrolyzovaný polyvinylacetát, karboxymethylcelulóza, škrob, kopolymery vinylpyrrolidon/vinylacetát a polyvinylacetát nebo směsi jmenovaných látek;

20

odpěňovací přísady jako jsou:

silikonové emulze, alkoholy s dlouhým řetězcem, fosforečné estery, acetylendioly, mastné kyseliny nebo organofluorové sloučeniny,

25

a

komplexační činidla jako jsou:

- 30 soli etylendiamintetraoctové kyseliny (EDTA), soli trinitriolotrioctové kyseliny nebo soli polyfosforečných kyselin, nebo směsi uvedených látek.

Při způsobu podle vynálezu se suspenduje ve vodě sulfonylmočovina a) popřípadě s alespoň jedním herbicidem b) a popřípadě s alespoň jedním safenerem c) a alespoň jednou formulační přísadou (neboli auxiliérem) d), aby se získala suspenze a pH této suspenze se upraví na 6,5 až 8 přidáním kyseliny nebo zásady, načež se suspenze suší, aby se získal pevný prostředek.

35

Suspenze se připravuje v míchané nádobě mícháním složek a drcením směsi v kulovém mlýně.

- 40 Výsledná suspenze se upraví na pH 6,5 až 8 přidáním kyseliny nebo zásady. Je výhodné, když se pH upraví na 6,5 až 7,5, zejména výhodné je pH 6,8 až 7,2.

Vhodnými kyselinami jsou anorganické a organické kyseliny jako například kyselina sírová, kyselina chlorovodíková nebo p-toluensulfonová.

45

Vhodné zásady jsou hydroxidy alkalických kovů, hydroxidy kovů alkalických zemin, amoniak a aminy. Výhodně se používá NaOH.

Pevné prostředky se dají připravit z výsledné suspenze řadou způsobů.

50

Výhodné způsoby přípravy shora uvedených pevných prostředků jsou rozprašovací sušení a granulace ve fluidním loži.

Zejména je vhodná granulace ve fluidním loži (FBG). V závislosti na požadovaném složení pevného prostředku se atomizuje suspenze, která obsahuje všechny složky, které se požadují, a pak následuje hrudkování na zařízení pro FBG.

- 5 Obecně se granule suší dostatečně při granulaci ve fluidním loži, nicméně může být výhodné zařadit za granulární stupeň samostatný sušicí stupeň ve stejné sušárně v oddělené sušárně. Po granulaci/sušení se produkt ochladí a třídí na síť.

- 10 Vhodnou granulační kapalinou je voda. Také jsou vhodné vodné roztoky anorganických solí, neiontová povrchově aktivní činidla, aniontová povrchově aktivní činidla, pojiva jako je polyvinylpyrrolidon, polyvinylalkohol, karboxymethylcelulóza, škrob, kopolymery vinylpyrrolidin/vinylacetát, sacharidy, dextrin nebo polyetylglykol.

- 15 Pevné prostředky, připravené způsobem podle vynálezu, se dají vyrábět ve formě prášků, granulí, briket, tablet a podobných variant forem prostředků. Výhodné formy prostředků jsou zejména, kromě prášků, zejména granule. Prášky mohou také být ve vodorozpustné formě nebo může jít o prášky dispergovatelné ve vodě. Granule mohou mít formu vodorozpustných granulí nebo dispergovatelných granulí, pro použití pro postřikování nebo jiné, pro přímou aplikaci, což je forma, která je známá jako granule pro rozhazování. Střední velikost částic granulí je obecně  
20 mezi 200 a 2 mm.

Výsledné granulované prostředky neobsahují prach, jsou volně tekoucí a sypné, netvoří koláčovitě produkty a jsou snadno rozpustné nebo dispergovatelné ve studené vodě.

- 25 V důsledku vlastností těchto prostředků je lze snadno balit ve větším množství. Lze jimi manipulovat v nádobách a balících prostředcích jako jsou pytle sáčky, vyrobené z plastů, papíru nebo laminovaných hmot nebo jinak, v kartónových krabicích jiných objemných kontejnerech. Aby se ještě více usnadnilo uživateli vyvarovat se kontaktu s prostředkem, je možné balit produkty ve vodorozpustných fóliích, jako jsou například polyvinylalkoholové filmy, přičemž takto získané  
30 sáčky se pak přímo vkládají do zásobníku rozprašovacího přístroje, kde se rozpouštějí. Materiály, které se dají pro takovéto vodorozpustné filmy použít jsou, mimo jiné, polyvinylalkohol nebo celulózové deriváty jako je metylcelulóza, metylhydroxypropyleelulóza nebo karboxymethylcelulóza. Vzhledem k tomu, že produkt je dělen na dávky, které odpovídají předpokládanému použití, nedostávají se vůbec do kontaktu s uživatelem. Vodorozpustné sáčky jsou s výhodou zabaleny ve  
35 vnější slupce, která je nepropustná pro vodní páru, jako jsou například polyetylenová fólie, polyetylen/papírový laminát nebo aluminiová fólie.

- Pevné prostředky, připravené způsobem podle vynálezu jsou skladovatelné. Podle skladovacího testu, který byl s nimi proveden certifikovanými organizacemi, se mohou skladovat 14 dní při  
40 54 °C. Pokles obsahu účinné složky se dá stanovit například v případě tritosulfuronu pomocí stanovení zvýšeného obsahu degradačního produktu AMTT, který se dá kvantitativně zjistit s velkou přesností.



Příklady provedení vynálezu

Následující tabulka ilustruje složky, používané v příkladech provedení.

5

Tabulka 1

Název	Chemický název	Dodavatel
Tamol® NH	kondenzát naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem	BASF AG
Ufoxaner3A	lignosulfonát sodný	Borregaard
Odpěňovač SREr	emulze silikonového oleje	Wacker-Chemie
Reaxr 88 A	lignosulfonát sodný	Westvaco

## Způsobené příklady

10

## Příklad 1

Směs sestávající z následujících složek:

15

1100 g destilovaná voda,  
 7,6 g Odpěňovač SRE,  
 212,5 g Reax 88 A a  
 653 g technicky čistý tritosulfuron

20

byla míchána a směs byla mleta v perličkovém mlýně. Získaná suspenze byla upravena na požadované hodnoty pH 5,1, 6, 7, 8 a 9 s použitím vodného roztoku hydroxidu sodného (25% koncentrace). Pak byla suspenze nanášena na Petriho misky a sušena ve vakuové sušárně při 70 °C. Usušný povlak by z Petriho misky oškrábán a nechán projít 0,5 mm sítí. Jemné podíly byly odděleny pomocí 0,1 mm síta. Získaný produkt byl testován na stabilitu účinné složky.

25

## Příklad 2

30

Směs sestávající z

35

203,2 g technicky čistý tritosulfuron,  
 122,3 g technicky čistý flukarbazon-natrium,  
 4 g Odpěňovač SRE,  
 55,1 g Tamol NH,  
 110,2 g Ufoxan 3A a  
 650 g destilovaná voda

byla míchána a mleta na perličkovém mlýně. Výsledná suspenze byla upravena na požadované hodnoty pH 6,5 a 7,0 vodným roztokem hydroxidu sodného (25% koncentrace). Pak byla suspenze nanášena na Petriho misky a sušena ve vakuové sušárně při 70 °C. Usušený povlak byl z Petriho misky oškrábán a nechán projít 0,5 mm sítím. Jemné podíly byly odděleny pomocí 0,1 mm síta. Získaný produkt byl testován na stabilitu účinné složky.

### Příklad 3

Směs sestávající z

101,6 g	tritosulfuron,
528,6 g	technicky čistá dicamba,
6,4 g	Odpěňovač SRE,
102,7 g	Reax 88A a
637,9 g	destilovaná voda

byla míchána v míchací nádobě. Nejprve byla přidána voda a Reax 88A, a pak byla do nádoby přidána dicamba. Přidáním vodného roztoku hydroxidu sodného (25% koncentrace), byla dicamba uvedena do reakce, jejíž výsledkem byl roztok. Pak byly přidány ostatní přísady a suspenze byla umleta v perličkovém mlýně.

Výsledná suspenze byla upravena na požadované hodnoty pH 6, 7, 8 a 9 vodným roztokem hydroxidu sodného (25% koncentrace). Pak byla suspenze nanášena na Petriho misky a sušena ve vakuové sušárně při 70 °C. Usušený povlak byl z Petriho misky oškrábán a nechán projít 0,5 mm sítím. Jemné podíly byly odděleny pomocí 0,2 mm síta. Získaný produkt byl testován na stabilitu účinné složky.

### Způsoby testování

Obsah účinné složky a obsah AMTT v prostředcích byly stanovovány pomocí kvantitativní HPLC. Za účelem testování stability při skladování byly vzorky příslušných testovaných prostředků podle příkladů 1 až 3 skladovány 14 dní v hermeticky uzavřené skleněné nádobě při 54 °C. Tyto vzorky pak byly analyzovány a porovnány se srovnávací hodnotou na začátku skladování (nulová hodnota času). Obsah účinné složky je znázorněn v každém z případů v relativních množstvích vůči nulové hodnotě času (jako procenta). Skladovací experimenty byly prováděny podle metody CIPAC MT 46. Střední doba života produktu je odhadnuta z výsledku krátkodobého skladování při zvýšené teplotě.

Tabulka 2

Příklad 1	Příprava (složení)		Skladování	Poznámky
pH suspenze	Účinné složky	Koncen- trace % hmotn.	14 dní, 54°C % hmotn.	
5,1	tritosulfuron AMTT	74,2 0,03	99,3 (rel.) 0,249	
6	tritosulfuron AMTT	72,3 0,03	99,9 (rel.) 0,250	
7	tritosulfuron AMTT	71,7 0,033	100,8 (rel.) 0,178	
8	tritosulfuron AMTT	67,5 0,026	100,5 (rel.) 0,056	suspenze je vysoce viskózní
9	tritosulfuron AMTT	72,4 0,035	97,7 (rel.) 0,234	suspenze je vysoce viskózní

Tabulka 3

Příklad 3	Příprava		Skladování	Pozn.
pH suspenze	Účinné složky	Koncen- trace v % hmotno- stních	14 dní, 54°C % hmotnostní	
6,5	tritosulfuron AMTT flukarbazon- natrium	40,5 0,025 24,1	98,8 (rel.) 0,164 98,8 (rel.)	
7,0	tritosulfuron AMTT flukarbazon- natrium	41,1 0,019 24,3	100 (rel.) 0,065 99,5 (rel.)	

Tabulka 4

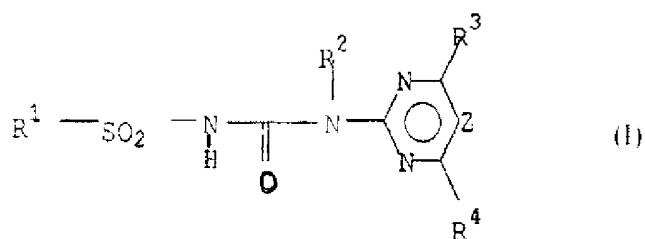
Příklad 4	Příprava (složení)		Skladování	Poznámka
pH suspenze	Účinná složka	Koncentrace v % hmotn.	14 dní, 54°C hmotn. %	
6	tritosulfuron AMTT dicamba	11,9 0,009 60,4	91,3 (rel.) 0,470 100 (rel.)	
7	tritosulfuron AMTT dicamba	11,9 0,007 58,7	99,7 (rel.) 0,011 100 (rel.)	
8	tritosulfuron AMTT dicamba	11,3 0,007 58,5	98,8 (rel.) 0,007 100 (rel.)	suspenze zvyšuje viskozitu
9	tritosulfuron AMTT dicamba	10,4 0,006 58,0	102,6 (rel.) 0,007 101,9 (rel.)	suspenze zvyšuje viskozitu

Data v tabulkách 2 až 4 ukazují jasně, že pevného prostředku, připravené způsobem podle vynálezu, jsou skladovatelné, pokud pH suspenze je nad 6. Od pH 8 se suspenze mění na viskózní, takže její další zpracování je ztíženo.

## PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy pevného herbicidního prostředku, obsahujícího
  - a) herbicid ze skupiny sulfonylmočoviny nebo jejich zemědělsky použitelných solí,
  - b) žádný, jeden nebo více dalších herbicidů,
  - c) popřípadě safener,
  - d) jeden nebo více formulačních přísad,
- při kterém se suspenduje sulfonylmočovina (a), s nebo bez jednoho nebo více dalších herbicidů (b) a s nebo bez safeneru (c) a s jednou nebo více formulačními přísadami (d) ve vodě za vzniku suspenze, jejíž pH se upraví na 6,5 až 8 přidáním kyseliny nebo báze, a pak se suší, což poskytne pevný prostředek.

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že použitým herbicidem a) je sulfonylmočovina vzorce I



kde substituenty mají následující významy:

5

$R^1$  je N (C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl)-N-(C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkylsulfonyl)amino nebo aromatický nebo hetero-  
aromatický kruh, vybraný ze skupiny, do které patří fenyl, benzyl, 1H-pyrazol-5-yl, pyri-  
din-2-yl, thiofen-3-yl a imidazo[1,2-a]pyridin-3-yl, přičemž je možné, aby na uvedený  
10 aromatický kruh byly popřípadě navázány jeden až tři substituenty, vybrané ze souboru, do  
kterého patří halogen, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-haloalkyl, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkoxy, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-halo-  
alkoxy, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkoxy-C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl, karboxyl, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkoxykarbonyl, 3-oxetanyl-  
oxykarbonyl, aminokarbonyl, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkylaminokarbonyl, di-(C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl)amino-  
karbonyl, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkylsulfonyl, formylamino, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkylkarbonylamino, (C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-  
15 alkylkarbonylamino)-C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkylsulfonylamino, (C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkylsulfonyl-  
amino)-C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl;

$R^2$  je vodík nebo methyl;

$R^3$  a  $R^4$  znamenají nezávisle jeden na druhém halogen, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-haloalkyl, C<sub>1</sub> až  
20 C<sub>1</sub>-alkoxy, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-haloalkoxy, amino, C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkylamino, di-(C<sub>1</sub> až C<sub>4</sub>-alkyl)amino;

Z je N, CH;

nebo jejich zemědělsky použitelné soli.

25

3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že použitým herbicidem a) je  
sulfonylmočovina, vybraná ze souboru, do kterého patří tritosulfuron, bensulfuron-metyl, chlori-  
muron-etyl, chlorsulfuron, cinosulfuron, halosulfuron-metyl, etametsulfuron-metyl, flazasulfu-  
ron, imazosulfuron, metsulfuron-metyl, nicosulfuron, primisulfuron-metyl, pyrazosulfuron-etyl,  
30 rimsulfuron, sulfometuron-metyl, thifensulfuron-metyl, triasulfuron, tribenuron-metyl, triflu-  
sulfuron-metyl, prosulfuron, etoxysulfuron, azimsulfuron, oxasulfuron, sulfosulfuron, iodosulfu-  
ron, foramsulfuron, trifloxysulfuron, amidosulfuron, mesosulfuron, flupyrsulfuron-metyl, iodo-  
sulfuron-metyl a jejich zemědělsky použitelné soli.

35 4. Způsob podle nároku 3, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že použitým herbicidem a) je trito-  
sulfuron nebo jedna z jeho zemědělsky použitelných solí.

5. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 4, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že herbicid b),  
který je použit, je vybrán ze souboru, do kterého patří cimidon-etyl, florasulam, flukarbazon, pro-  
40 karbazon, bentazon, dicamba, MCPA, mecoprop-P, clefoxidim, cycloxidim a jejich zemědělsky  
použitelné soli.

6. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 5, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se použije  
safener c), který je vybrán ze souboru, do kterého patří cloquintocet, cloquintocet-mexyl,  
45 dicyklonon, furilazol, fenchlorazol, fenchlorazol-etyl, mefenpyr, mefenpyr-dietyl, isoxadifen,  
isoxadifen-etyl a jejich zemědělsky použitelné soli.

7. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že jako formulační přísada d) se použije pevný nosič.
- 5 8. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 7, **vyznačující se tím**, že se použije jako formulační přísada d) povrchové aktivní činidlo.
9. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 8, při kterém se používá
- 0,5 až 85 % hmotnostních sulfonylmočoviny a)
- 10 0 až 75 % hmotnostních herbicidu b),
- 0 až 50 % hmotnostních safeneru c) a
- 15 15 až 99,5 % hmotnostních alespoň jedné formulační přísady d).
10. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 9, **vyznačující se tím**, že pH suspenze se upravuje na 6,5 až 7,5.
11. Způsob podle kteréhokoliv z nároků 1 až 10, **vyznačující se tím**, že pH suspenze se upravuje na 6,8 až 7,2.
- 20 12. Použití pevného herbicidního prostředku připraveného podle nároku 1 pro kontrolu škodlivých rostlin.

25

---

Konec dokumentu

---