

(19)



(10) **LT 3009 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patent numeris: **3009**

(51) Int.Cl.⁵: **A01N 41/06,
A01N 43/48,
A01N 47/28**

(21) Paraiškos numeris: **IP345**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 02 19**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1994 04 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1994 08 25**

(31,32,33) Prioritetas: **07/838590, 1992 02 19, US**

(72) Išradėjas: **Luann Marshall Pugh, US**

(73) Patent savininkas: **E.I. Du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware 19898,
US**

(74) Patentinis patikėtinis: **Liudmila Gerasimovič, 9, Basanavičiaus 16/5-41, 2009 Vilnius, LT**

(54) Pavadinimas: **Būdas purkštuvo rezervuarui valyti**

(57) Referatas:

Palengvinantis pesticidų iš purkštuvo rezervuaro įrengimo išvalymą nuo liekamųjų sulfonilkarbamido pesticidų būdas purkštuvo rezervuarui valyti, susidedantis iš (i) paruošimo žemės ūkiui tinkančios vandenyje tirpios sulfonilkarbamido druskos kompozicijos, prieš naudojant purkštuvo rezervuarą, (ii) panaudojimo druskos kompozicijos pasėliams, (iii) lengvesnio esminio rezervuaro sulfonilkarbamido likučių išplovimo, negu galima, kai sulfonilkarbamidas nėra druskos formoje.

Sulfonilkarbamidai, kaip klasė, yra labai aktyvūs pesticidai. Todėl svarbu įsitikinti, kad visi sulfonilkarbamido pėdsakai yra išvalyti iš purkštuvų įrengimo (toliau vadinamo purkštuvu) rezervuaro, naudoto pasėlių purškimui pesticidais, prieš naudojimą šio įrengimo pasėliams, kurie jautrūs arba gali būti pažeisti sulfonilkarbamido, kuriam prieš tai buvo naudotas purkštuvai. Tinkamai išvalyti galima praplaunant, bet tam reikia laiko ir atsiranda aplinkos vandens užteršimo problemos.

Sulfonilkarbamido druskos ir jų pagaminimo būdai yra žinomi. Iki šiol nebuvo įvertinta privalumai, kurie gali būti pasiekti valant purkštuvų rezervuarą, kai naudojamas sulfonilkarbamido aktyvus priedas yra druskos, o ne rūgšties formoje. aprašyti druskos mišiniai gali būti naudojami įprastu būdu arba naudojant cheminės injekcijos technologiją, kai tirpus mišinys sudaro tirpalą, kuris gali būti iš karto įleistas į purkštuvų stiebą.

Šis išradimas susijęs su būdu, skirtu sumažinti užterštumą sulfonilkarbamido pesticidu, liekančiu purkštuvui, kuris buvo naudotas sulfonilkarbamidui, rezervuare. Yra tokie būdo etapai:

i) prieš naudojant purkštuvų rezervuare, paruošiama žemės ūkiui tinkamos vandenyje tirpios sulfonilkarbamido druskos kompozicija ir tuo būdu padidinamas sulfonilkarbamido tirpumas bei sumažinamas liekamasis purkštuvų rezervuaro užteršimas esamu kiekiu netirpaus sulfonilkarbamido,

ii) paruošta sulfonilkarbamido druskos kompozicija naudojama pasėliams, siekiant kiek galima sumažinti kaupimąsi netirpaus sulfonilkarbamido purkštuvų rezervuare, ir,

iii) po naudojimo iš purkštuvo rezervuaro kiek galima išplaunami sulfonilkarbamido likučiai ir, atlikus operaciją, sulfonilkarbamido likučiai purkštuvo rezervuare yra žymiai mažesni, lyginant su kiekiu 5 liekančiu sulfonilkarbamido, kai pastarasis prieš naudojimą nebuvo pervestas į vandenyje tirpią druską.

Sulfonilkarbamidai, kurių kaupimasis purkštuvo rezervuare yra sumažinamas šiame išradime aprašytu 10 būdu, yra sulfonilkarbamido rūgščių esteriai, naudojami vieni arba su vienu ar daugiau rezervuarinio mišinio partnerių. Šiuo išradimu pasiekama nauda labiau išryškėja, kai sulfonilkarbamidas yra vartojamas su rezervuaro mišinio partneriu. Nauda dar labiau 15 pasireiškia, kai ankstesni rezervuaro mišiniai palieka organines nuosėdas ant vidinių purkštuvo rezervuaro paviršių. Tokiu atveju, tikėtina, kad tos neištirpusios sulfonilkarbamido dalelės laikosi ant organinių nuosėdų ir lieka purkštuvo rezervuare vandenyje nesuspenduotos 20 ir neištirpintos. Todėl, po to panaudojus purkštuvo rezervuarą pasėliams, jautriems sulfonilkarbamidui, žala yra arba dėl pateikimo į rezervuaro vandenį dalelių nuo anksčiau užsilaikiusių organinių nuosėdų arba trupant organinėms nuosėdoms, turinčioms 25 sulfonilkarbamido dalelių.

Sunki purkštuvo rezervuaro išvalymo problema paaštrėja, naudojant santykinai aukštas sulfonilkarbamidų koncentracijas. Kadangi sulfonilkarbamido aktyvaus 30 ingrediento rūgštinėje formoje tirpumas vandenyje yra gana žemas, sulfonilkarbamidų rezervuariniai mišiniai iš pradžių yra suspensijos. Suspenduotos dalelės gali rinktis ant rezervuaro sienelių, vamzdyne arba nutrupėti nuo organinių nuosėdų, esančių viduje 35 rezervuaro. Jei pastarasis rezervuaro mišinys perduoda sulfonilkarbamidą į tirpalą ar suspensiją, jautrūs augalai gali būti sužaloti.

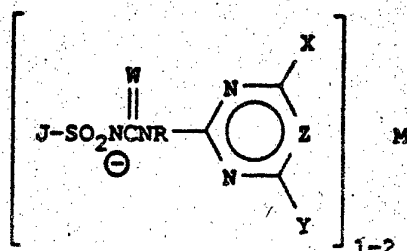
Ši problema panaikinama naudojant sulfonilkarbamidų vandeninyje tirpias formas. Sulfonilkarbamido druskos forma greičiau tirpsta, negu atitinkama sulfonilkarbamido rūgšties forma, tai ypač akivaizdu
 5 prie žemesnių pH. Taigi, tipiniu naudojimo atveju, turi būti mažai ar visai nebūti sulfonilkarbamido dalelių susikaupimo ant vidinių rezervuaro paviršių ar susilaikymo organinėse nuosėdose, kurios galėjo susidaryti ant tokių paviršių. Panaudojimas
 10 sulfonilkarbamidų druskos formoje, lyginant su jų rūgšties forma, įvairiomis aplinkybėmis daugiau negu keturis kartus pagerino purkštuvo rezervuaro valymą.

Pirmumą turintys druskos kationai (M) yra natriis, kalis, kalcis, magnis, amonis ir alkilamonio kationai.
 15 Pirmumą turinčios sulfonilkarbamido druskos yra tribenuron metil natrio ir kalcio druskos, trifensulfuron metil kalcio druska, chlorsulfurono amonio druska ir metsulfuron metil kalio druska.

20 Piešiniuose matome grafinius palyginimus duomenų, susumuotų lentelėse. Piešinyje Nr. 1 matome statistiškai svarbų skirtumą tarp išvalymo sunkumo sulfonilkarbamido rezervuaro partnerio mišinių (37% nesėkmingų atvejų) ir išvalymo atitinkamų
 25 sulfonilkarbamido druskos-rezervuaro partnerio mišinių (89% nesėkmingi). Piešinyje Nr. 2 matome net didesnę skirtumą, kai nėra rezervuaro partnerių (89% nesėkmingų atvejų sulfonil-karbamido rūgšties ir 11% nesėkmingų
 30 atvejų druskos mišiniams).

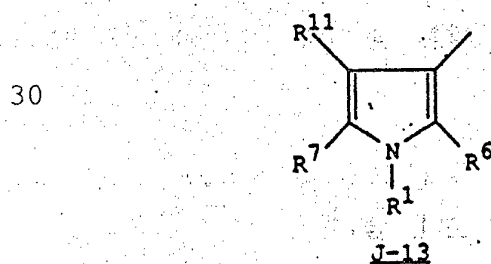
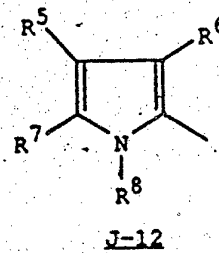
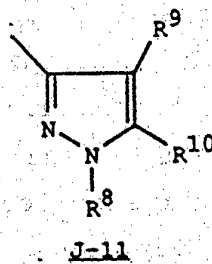
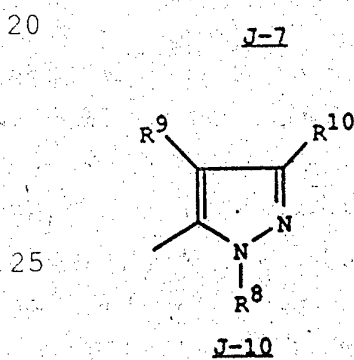
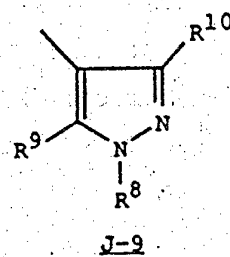
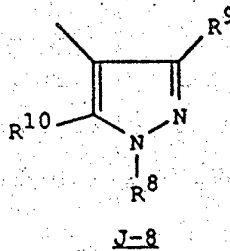
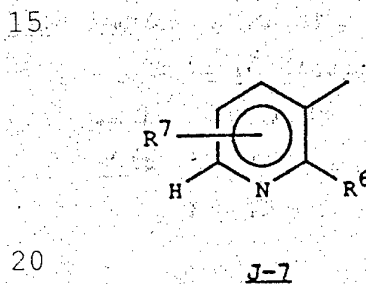
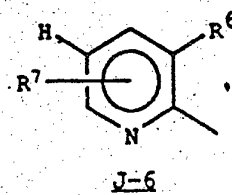
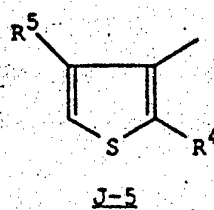
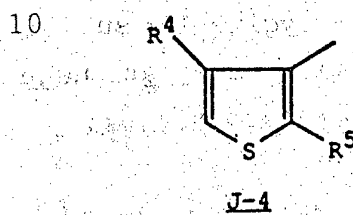
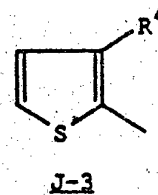
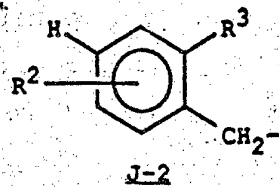
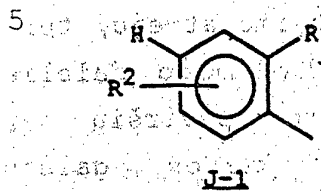
Sulfonilkarbamidų, kurių druskos formos naudojimas yra svarstomas šiame išradime, formulė yra:

35

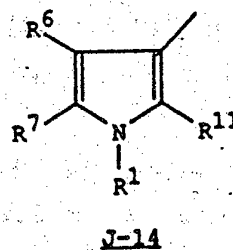


kur:

J atrinkta iš grupių:

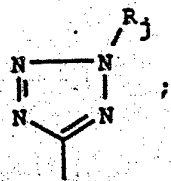


and



35 R atrinkta iš grupių H ir CH₃;

- 5 R¹ atrinkta iš grupių F, Cl, Br, NO₂, C₁-C₄ alkilo, C₁-C₄ halogenalkilo, C₃-C₄ cikloalkilo C₂-C₄ halogenalkenilo C₁-C₄ alkoksi, C₁-C₄ halogenalkoksi, C₂-C₄ alkoksialkoksi, CO₂R¹², C(O)NR¹³R¹⁴, SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸, CH₂CN ir L;
- 10 R² atrinkta iš grupių H, F, Cl, Br, CN, CH₃, OCH₃, SCH₃, SF₃ ir OCF₂H;
- R³ atrinkta iš grupių Cl, NO₂, CO₂CH₃, CO₂CH₂CH₃, SO₂N(CH₃)₂, SO₂CH₃, SO₂CH₂CH₃, OCH₃ ir OCH₂CH₃;
- 15 R⁴ atrinkta iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ halogenalkilo, C₁-C₂ alkoksi, C₂-C₄ halogenalkenilo, F, Cl, Br, NO₂, CO₂R¹², C(O)NR¹³R¹⁴, SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸ ir L;
- 20 R⁵ atrinkta iš grupių H, F, Cl, Br ir CH₃;
- R⁶ atrinkta iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ alkoksi, C₂-C₄ halogenalkenilo, F, Cl, Br, CO₂R¹², C(O)NR¹³R¹⁴, SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸ ir L.
- 25 R⁷ atrinkta iš grupių H, F, Cl, CH₃ ir CF₃;
- R⁸ atrinkta iš grupių H, C₁-C₃ alkilo ir piridilo;
- 30 R⁹ atrinkta iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ alkoksi, F, Cl, Br, NO₂, CO₂R¹², SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, OCF₂H, C(O)R¹⁸, C₂-C₄ halogenalkenilo ir L.
- 35 R¹⁰ atrinkta iš grupių H, Cl, F, Br, C₁-C₃ alkilo ir C₁-C₂ alkoksi;
- R¹¹ atrinkta iš grupių H, C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ alkoksi, C₂-C₄ halogenalkenilo, F, Cl, Br, CO₂R¹², C(O)NR¹³R¹⁴, SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸ ir L;

- R¹² atrinkta iš grupių alilo ir propargilo ir C₁-C₃ alkilo nebūtinai pakeisto nors vienu nariu, nepriklausomai atrinktu iš halogeno, C₁-C₂ alkoksi ir CN;
- 5 R¹³ atrinkta iš grupių H, C₁-C₃ alkilo ir C₁-C₂ alkoksi;
- R¹⁴ yra C₁-C₂ alkilas;
- 10 R¹⁵ atrinktas iš grupių H, C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ alkoksi, alilo ir ciklopropilo;
- R¹⁶ atrinkta iš grupių H ir C₁-C₃ alkilo;
- 15 R¹⁷ atrinkta iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₃ halogenalkilo, alilo ir propargilo;
- R¹⁸ atrinkta iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₄ halogenalkilo ir C₃-C₅ cikloalkilo, nebūtinai pakeisto halogenu;
- 20 n yra 0, 1 arba 2;
- 25 M yra kationas;
- L yra
- 30 ;
- R_j atrinktas iš grupių H ir C₁-C₃ alkilo;
- 35 W atrinktas iš grupių O ir S;
- X atrinktas iš grupių H, C₁-C₄ alkilo, C₁-C₄ alkoksi, C₁-C₄ halogenalkoksi, C₁-C₄ halogenalkilo, C₁-C₄

halogenalkiltio, C_1-C_4 alkiltio, halogeno, C_2-C_5 alkoksialkilo, C_2-C_5 alkoksialkoksi, amino, C_1-C_3 alkilamino ir $di(C_1-C_3$ alkil)amino;

- 5 Y atrinkta iš grupių H, C_1-C_4 alkilo, C_1-C_4 alkoksi, C_1-C_4 halogenalkoksi, C_1-C_4 alkiltio, C_1-C_4 halogenalkiltio, C_2-C_5 alkoksialkilo, C_2-C_5 alkoksialkoksi, amino, C_1-C_3 alkilamino ir $di(C_1-C_3$ alkil)amino, C_3-C_4 alkeniloksi, C_3-C_4 alkiniloksi, C_2-C_5 alkiltioalkilo, C_2-C_5 alkilsulfinilalkilo, C_2-C_5 alkilsulfonilalkilo, C_1-C_4 halogenalkilo, C_2-C_4 alkinilo, C_3-C_5 cikloalkilo, azido ir ciano,
- 10

Z atrinkta iš grupių CH ir N;

- 15 numatant, kad

i) kai viena ar abi iš X ir Y yra C_1 halogenalkoksi, tada Z yra CH ; ir

- 20 ii) kai X yra halogenas, tada Z yra CH ir Y yra OCH_3 , OCH_2CH_3 , $N(OCH_3)CH_3$, $NHCH_3$, $N(CH_3)_2$ ir OCF_2H .

- Sekančių sulfonilkarbamidų druskos turi pirmuma
- 25 naudojant aprašomuose procesuose: 2-chloro-N-[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] - benzosulfonamidas (chlorsulfuron); metil 2-[[[(4,6-dimetil-2-pirimidinil) amino] karbonil] amino] sulfonil] - benzoatas (sulfometuron metil); etil 2-[[[(4-chloro-6-metoksi-2-pirimidinil) -amino] karbonil] amino] sulfonil] -
- 30 benzoatas (chlorimuron etil); metil 2-[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] amino] sulfonil] - benzoatas (metsulfuronmetil); metil 2-[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil) amino] karbonil] amino] sulfoni]] -
- 35 6-(trifluor-metil)-3-piridinokarboksilatas; metil 2-[[[(4-etoksi-6-(metilamino)-1,3,5-triazin-2-il] amino] karbonil] amino] -sulfonil] benzoatas (etametsulfuron metil); 2-(2-chloroetoksi)-N-[[(4-metoksi-6-metil-

etil 5-[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil)amino] karbonil] amino] sulfonil] -1-metil-1H-pirazolo-4-karboksilatas; N-[[[4,6-dimetoksi-2-pirimidinil)amino] karbonil] -3-(etilsulfonil)-2-piridin-sulfonamidas (rimsulfuron),
 5 metil 3-[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] amino] sulfonil] -2-tiofenkarboksilatas (tifensulfuronmetil); metil 2-[[[N-(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metilamino] - karbonil] amino] sulfonil] benzoatas (tribenuron metil);
 10 metil 2-[[[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil)amino] karbonil] -amino] sulfonil] -metil] benzoatas (bensulfuron metil); 2-[[[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil)amino] karbonil] -amino] sulfonil] -N,N-dimetil-3-piridinkarboksidamidas (nikosulfuron); metil 2-[[[[[4,6-bis(dufluorometoksi)-2-pirimidinil] amino] karbonil] amino] -sulfonil] benzoatas; metil 2-[[[[[4-dimetilamino)-6-(2,2,2-trifluoroetoksi)-1,3,5-triazin-2-il] amino] karbonil] amino] -sulfonil] -3-metil-benzoatas;
 15 ir N-[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil)amino] -karbonil] -1-metil-4-(2-metil-2H-tetrazol-5-il)-1H-pirazolo-5-sulfonamidas.

Dar geriau yra sulfonilkarbamido druskos šių sulfonilkarbamidų: 3-[[[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)amino] karbonil] amino] sulfonil] -2-tiofenkarboksilatas (tifensulfuron metil), metil 2-[[[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)amino] karbonil] amino] sulfonil] benzoatas (metsulfuron metil),
 25 metil 2-[[[[N-(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metilamino] karbonil] amino] sulfonil] benzoatas (tribenuron metil) ir 2-chloro-N-[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)amino] karbonil] benzolsulfonamidas (chlorsulfuron), kur M atrinkta iš grupių natrio, kalio, kalcio, amonio ir alkilamonio.

35

Sulfonilkarbamido druskos, aprašomos šiame išradime, gali būti naudojamos vienos arba kombinuojant su kitais komerciniais herbicidais (įskaitant kitus

insekticidus ar fungicidus. Mišiniai, turintys sulfonilkarbamido druskas, yra ypač naudingi sumažinant iki minimumo purkštuvo rezervuaro valymą, kai lyginami tuose pačiuose mišiniuose, turinčiuose atitinkamą sulfonilkarbamido rūgštį.

Duomenys, susumuoti 1-oje lentelėje (naudojant I Protokolą), rodo, kad sulfonilkarbamido rūgštis, kartu su rezervuaro mišinio partneriu, nesėkmingo veikimo dalis buvo 37% (10 nesėkmingų atvejų iš 27), kai atitinkamos sulfonilkarbamido šarminio metalo druskos neigiamo veikimo lygis tik apytikriai 8% (2 nesėkmingi atvejai iš 24). (PASTABA: Testo nesėkmingas atvejis atitinka šiltnamio rezultata, kai būna daugiau negu 20% nuostolio cukriniams runkeliams biologinio bandymo teste.) Duomenys, susumuoti II-oje lentelėje (naudojant II Protokolą) rodo, kad kai nėra rezervuaro partnerio, valymas sulfonilkarbamido druskos mišinio yra ekvivalentinis ar efektyvesnis, negu valymas atitinkamos sulfonilkarbamido rūgštis. Atitinkami rezervuaro valymo protokolai I ir II yra po kiekvienos lentelės, po jų seka biologinių bandymų protokolai. Kiekvienas žalos procentą nurodantis skaičius, esantis lentelėse, yra dviejų biologinių bandymų rezultatas, kur buvo du pavyzdžiai galutinio amoniako praplovimo vandens - iš antgalio.

30

35

I LENTELE

Purkštuvo valymas

5 Sulfonilkarbamidas ir rezervuaro mišinio partneris

Sulfonilkarbamidas	Pradinė sulfonilkarbamido koncentracija rezervuaro mišinyje (ppm)	Rezervuaro mišinio partneris	Žalos * procentas
Tifensulfuron	400	2,4-D	60
metil	400	MCPA	100
	500	propikonazolas	90
Tifensulfuron	190	propikonazolas	0
metil +	380	propikonazolas	100
Metsulfuron	600	propikonazolas	0
metil (10:1)	600	propikonazolas	20
	600	propikonazolas	0
	600	flutriafolas	70
	600	flutriafolas	20
Tifensulfuron	600	2,4-D	0
+ Tribenuron	600	2,4-D	0
metil (2:1)	600	2,4-D	0
	600	2,4-D	60
	775	2,4-D	0
	1000	2,4-D	0
	530	2,4-D/PAM**	0
	450	MCPA	50
	430	MCPA	0
	750	MCPA	10
	750	MCPA	0
	1070	MCPA	0
	835	propikonazolas	100
Tribenuron metil	149	propikonazolas	50

	168	propikonazolas	0
	200	propikonazolas	0
	200	propikonazolas	90
Tifensulfuron	232	propikonazolas	0
metil			
kalio druska	400	propikonazoldis	0
	500	propikonazolas	90
	400	2,4-D	0
	407	flutriafolas	0
	570	flutriafolas	20
Tifensulfuron	660	propikonazolas	30
metil			
kalio druska +	660	propikonazolas	0
metsulfuron metil			
(10:1)			
Tifensulfuron	700	2,4-D	0
metil			
kalio druska +	700	2,4-D	0
tribenuron metil	1150	2,4-D	5
natrio druska	1150	2,4-D	0
(2:1)			
	130	MCPA	2
	675	MCPA	2
	700	MCPA	0
	720	MCPA	0
	700	propikonazolas	0
	770	propikonazolas	0
Tribenuron metil	117	2,4-D	0
natrio druska	200	propikonazolas	0
	224	propikonazolas	0
	246	propikonazolas	2
	268	propikonazolas	0
	281	propikonazolas	0

* Žalos procentas cukriniams runkeliams po nupurškimo su galutiniu amoniako plovimo vandeniu po rezervuaro plovimo procedūros.

5 ** PAM - paviršiaus aktyvi medžiaga.

REZERVUARO VALYMO PROTOKOLAS I

(Sulfonilkarbamidas ir rezervuaro mišinio partneris)

I Etapas

10 Pripila pusę rezervuaro vandens ir maišant deda sulfonilkarbamidą ar sulfonilkarbamido druską. Pripildo 90% rezervuaro vandenių, deda rezervuaro mišinio partnerius ir užbaigia rezervuaro pripildymą. Rezervuaro mišinį maišo mažiausiai nuo 5 iki 10 minučių.

2 Etapas

15 Išpurškia rezervuaro turinį per purkštuvo stiebą. Pilnai surenka vandenį iš rezervuaro.

3 Etapas

20 Praplauna vidinius rezervuaro paviršius vandeniu; naudoja apytikriai 10% nuo rezervuaro talpos. Išpurškia šį plovimo vandenį per purkštuvo stiebą. Pilnai surenka vandenį iš rezervuaro.

25

4 Etapas

30 Užpildo apytikriai pusę rezervuaro šviežiu vandeniu ir deda norimą valymo tirpalą. Baigia užpildyti rezervuarą. Plauna srove visą vidų ir purkštuvo stiebą su valymo tirpalu (tai gali būti vanduo ar amonio hidroksidas ar natrio hipochlorito tirpalas) ir maišo 15 minučių. Išpurškia nuo 10 iki 20 galonų plovimo vandens per purkštuvo stiebą. Pilnai surenka vandenį iš 35 rezervuaro.

5 Etapas

Nuima visus antgalius, antgalių priedangas, veikiančius filtrus ar bet kokio tipo filtrus ir kruopščiai valo kibire su vandeniu ir valymo agentu. Su šepetiu pašalina bet kokių nuosėdų likučius.

5

6 Etapas

10 Praplauna vidinius rezervuaro paviršius su šviežiu vandeniu; naudoja apytikriai 10% nuo rezervuaro talpos, kad pašalintų visus valymo tirpalo pėdsakus. Išpurškia plovimo vandenį per purkštuvo stiebą. Pilnai surenka vandenį iš rezervuaro.

7 Etapas

15

Pusiau pripildo rezervuarą ir deda amonio hidroksidą, kad koncentracija būtų 0,3% amoniako. Pabaigia užpildyti rezervuarą. Plauna srove visą vidų ir purkštuvo stiebą su amonio hidroksido tirpalu ir leidžia maišytis 15 minučių. Pavyzdžio amoniakinis vanduo plauna rezervuarą (pavyzdys panaudotas biologinio bandymo teste). Išpurškia nuo 10 iki 20 galonų per purkštuvo stiebą ir tada atrenka pavyzdžius prie išpurškiančio antgalio (pavyzdys panaudotas biologinio bandymo teste). Pilnai surenka turinio likučius. Išplauna visą likusį amonio hidroksido tirpalą iš rezervuaro su šviežiu vandeniu. Pastaba: pavyzdžiai buvo užbuferinti iki atitinkamo pH, siekiant užtikrinti sulfonilkarbamido stabilumą ir tada laikyti užšaldytoje būsenoje iki analizės.

30

II LENTELE

Purkštuvo valymo bandymai

Sulfonilkarbamidas be rezervuaro mišinio partnerio

Sulfonilkarbamidas	Pradinė sulfonilkarbamido koncentracija rezervuaro mišinyje	Žalos* procentas
Tifensulfuron	550 m.d.	28
metil	550 m.d.	32
	550 m.d.	17
Tifensulfuron metil	550 m.d.	0
kalio druska	550 m.d.	0
	550 m.d.	18
Chlosulfuron	275 m.d.	50
	275 m.d.	100
	275 m.d.	100
	275 m.d.	100
Chlorsulfuron	275 m.d.	0
amonio druska	275 m.d.	0
	275 m.d.	5
Metsulfuron metil	275 m.d.	85
	275 m.d.	100
	275 m.d.	30
Metsulfuron metil	275 m.d.	8
kalio druska	275 m.d.	0
Metsulfuron metil	275 m.d.	64
natrio druska		

* Žalos procentas cukriniams runkeliams po nupurškimo su galutiniu amoniako plovimo vandeniu po rezervuaro plovimo procedūros.

5

REZERVUARO VALYMO PROTOKOLAS II

(Sulfonilkarbamidas be rezervuaro partnerio)

10

1 Etapas

Sulfonilkarbamido pavyzdį, kuris bus testuojamas, padalina į 2 lygias dalis. Iš vienos dalies paruošia skystą masę, o iš kitos - pastą. Užtepą ir/arba

išpurškia pastą ir skystą masę ant rezervuaro vidaus ir palieka nakčiai. Šioje procedūroje gauna sausas nuosėdas ant rezervuaro paviršių ir imituoja blogas lauko sąlygas.

5

2 Etapas

Praplauna rezervuarą vidų su švariu vandeniu, naudodami tūrį, lygų 10-20% rezervuaro talpos, leidžiant plovimo vandeniui bėgti srautu per purkštuvo stiebą ir žarnas.

10

3 Etapas

Užpildo rezervuarą su švariu vandeniu ir maišo 10 minučių. Išmeta vandenį, plaudami srautu mažiausiai 10-20% per purkštuvo stiebą ir antgalius.

15

4 Etapas

Nuima visus antgalius, antgalių priedangas ir vidinius filtrus ir valo švariu vandeniu.

20

5 Etapas

Praplauna rezervuarą švariu vandeniu, naudodami tūrį, lygų 10-20% rezervuaro talpos. Plovimo vandeniui leidžia kauptis rezervuare ir tada išmeta per purkštuvo stiebą ir antgalius. Pilnai surenka vandenį iš rezervuaro.

25

30

6 Etapas

Pusiau pripildo rezervuarą ir deda amonio hidroksidą, kad koncentracija būtų 0,3% amoniako. Pabaigia užpildyti rezervuarą. Plauna srove visą vidų ir purkštuvo stiebą su amonio hidroksido tirpalu ir leidžia maišytis 15 minučių. Pavyzdžiu amoniako vanduo plauna rezervuarą (pavyzdys panaudotas biologinio

35

- bandymo teste). Išpurškia nuo 10 iki 20 galonų per prukštuvo stiebą ir tada atrenka pavyzdžius prie purškimo antgalio (pavyzdys panaudotas biologinio bandymo teste). Pilnai surenka turinio likučius.
- 5 Išplauna visą likusį amonio hidroksido tirpalą iš rezervuaro su šviežiu vandeniu. Pastaba: pavyzdžiai buvo užbuferinti iki atitinkamo pH, siekiant užtikrinti sulfonilkarbamido stabilumą ir tada laikyti užšaldytoje būsenoje iki analizės.

10

BIOLOGINIŲ BANDYMŲ DUOMENYS

- Biologinių bandymų protokolai, naudotas nustatyti žalos procentą pasėlių (cukrinių runkelių), purkštų su galutiniu plovimo vandeniu, išvalius rezervuarą nuo ingridentų, išvardintų lentelėse, pateiktas toliau.
- 15 Cukrinių runkelių daigai (dviejų lapų stadijos) buvo auginami šiltnamyje (14 valandų fotoperiodas 21°C su šviesa ir 10 valandų 17°C tamsoje) ir purkšti su nemodifikuotasi nutekamo vandens pavyzdžiais po įvairių purkštuvo plovimo procedūrų. Naudotas automatinis zoninis purkštuvas ir pavyzdžiams naudota apytikriai 45 gal/A. Trys atsikartojantys puodai, kuriuose buvo po keturis cukrinių runkelių daigus, buvo apdoroti su kiekvienu pavyzdžiu.
- 20 Tarp atskirų bandymų purkštuvas plautas 12 kartų, tam kad įsitikinti, jog nėra pavyzdžių persidengimo.
- 25

- Augalai laikyti šiltnamyje iki įvertinimo, nuo 14 iki 30 23 dienų po apdoravimo. Apdorotų augalų sužalojimas įvertintas vizualiai, pagal skalę nuo 0 iki 100 (0=nesužalota, 100=pilnai žuvęs), lyginant su kontroliniais augalais. Žalos lygis buvo pagrįstas buvimu įvairių simptomų, įskaitant biomasės sumažėjimą, 35 žemą ūgį, inhibuotą vystymąsi, chlorozę, nekrozę, lapų dėmėtumą ir lapų raukšlėtumą bei deformaciją.

Mišinys

- Šio išradimo junginiai paprastai naudojami mišinyje su žemės ūkio tinkamais nešėjais, gali būti skysti ar kieti skiedėjai ar organiniai tirpikliai. Naudojami mišiniai gali būti milteliai, granulės, piliulės, 5 tirpalai, plokštė B, suspensijos, emulsijos, geliai, aktyvi medžiaga plastinėje masėje, drėgstantys milteliai, besiemulguojantys koncentratai, sausos tokios medžiagos ir panašiai, atitinkantys aktyvaus ingrediento fizikines savybes, taikymo būdą ir aplinkos 10 faktorius, tokius kaip dirvožemio tipą, drėgmę ir temperatūrą. Purškiami mišiniai gali būti išskleisti tinkamoje terpėje, o naudojami purškimo turiai yra nuo vieno iki kelių šimtų litrų hektarui. Aukšto stiprumo kompozicijos iš pradžių naudojamos kaip tarpiniai 15 produktai tolesniems mišiniams. Mišiniuose paprastai yra efektyvus sulfonilkarbamido(u) druskos kiekis, skiedėjas ir paviršiaus aktyvi medžiaga, apytikriai kiekiai seka toliau, suma 100%.

	Svorio procentai		
	Aktyvus ingredientas	Skiedėjas	PAM*
Drėgstantys milteliai	5-95	0-95	0-10
Alyvuotos suspensijos emulsijos, tirpalai (tame tarpe besiemulguojantys koncentratai)	1-50	40-99	0-15
Pesticidais impregnuota plėvelė	1-80	20-99	0-15
Milteliai	1-25	70-99	0-5
Granulės	0,01-99	5-99,99	0-15
Vandenyje disperguojamos granulės/piliulės	1-90	5-99	0-15
Tabletės	10-60	40-99	0-5

Aukšto stiprumo kompozicijos	90-99	0-10	0-2
Geliai	1-70	0-99	0-10

Tipiniai kieti skiedėjai yra aprašyti Watkins et al., Handbook of Insecticide Dust Diluents and Carriers, 2nd Ed., Dorland Books, Caldwell, New Jersey. Tipiniai skysti skiedėjai ir tirpikliai yra aprašyti Marsden, Solvents Guide, 2nd Ed., Interscience, New York, 1950, McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual, Allured Publ. Corp., Ridgewood, New Jersey, kaip ir Sisely and Wood, Encyclopedia of Surface Active Agents, Chemical Publ. Co., Inc., New York, 1964, išvardina paviršiaus aktyvias medžiagas ir rekomenduojamą naudojimą. Visuose mišiniuose gali būti minoriniai kiekiai priedų, mažinančių putojimą, sukepimą, koroziją, mikrobiologinį praaugimą ir t.t.

Tirpalai ruošiami paprastai sumaišant ingredientus. Geros kietos kompozicijos gaunamos sumaišant ir, paprastai, malant rutuliniame malūne ar fluideo energijos malūne. Vandenyje disperguojamos granulės gali būti gaminamos aglomeruojant smulkia miltelių kompoziciją; žiūr. pvz., Cross et al., Pesticide Formulations, Washington, D.C., 1988, pp 251-259. Suspensijos ruošiamos šlapiiai-malant; žiūr. pvz., U.S. 3,060,084. Granulės ir piliulės gali būti gautos išpurškiant aktyvią medžiagą paruošto granuliu nešėjų ar naudojant aglomeracinę techniką. Žiūr. Browning, "Agglomeration", Chemical Engineering, December 4, 1967, pp 147-148, Perry's Chemical Engineer's Handbook, 4th Ed., McGraw-Hill, New York, (1963), pages 8057 ir sekantys, ir WO 91/135.46. Piliulės gali būti paruoštos kaip aprašyta U.S. 4,172,714. Vandenyje disperguojamos ir tirpios vandenyje granulės gali būti paruoštos kaip DE 3,246,493.

Daugiau informacijos apie mišinių gaminimą yra U.S. 3,235,361, pastr. 6, eil. 16 iki pastr. 7, eil. 19 imtinai ir pavyzdžiai 10-41; U.S. 3.309,192, pastr. 5, eil. 43 iki pastr. 7, eil. 52 imtinai ir pavyzdžiai 8, 12, 15, 39, 41, 52, 53, 58, 132, 138-140, 162-164, 166, 167 ir 169-182; U.S. 2,891,855, pastr. 3, eil. 66 iki pastr. 5, eil. 17 imtinai ir pavyzdžiai 1-4; Klingman, Weed Control as a Science, John Wiley and Sons, Inc., New York, (1961), pp 81-96; ir Hance et al., Weed Control Handbook, 8th Ed., Blackwell Scientific Publications, Oxford, (1989).

Sekančiuose pavyzdžiuose visi procentai yra syorio procentai ir visi mišiniai pagaminti įprastais būdais. Junginys 1 yra chlorsulfurono amonio druska.

A PAVYZDYS

Aukšto stiprumo koncentratas

Junginys 1	98,5%
Silicio dioksido aerogelis	0,5%
Sinteninis amorfinis	1,0%
smulkus silicio dioksidas	

20

B PAVYZDYS

Drėgstantys milteliai

Junginys 1	65,0%
natrio alkilnaftalinsulfonatas	2,0%
natrio ligninsulfonatas	4,0%
natrio silikoaluminatas	6,0%
montmorilinitas (kalcinuotas)	23,0%

C PAVYZDYS

25 Granulės

Junginys 1	10,0%
atapulgito granulės (mažai laki medžiaga, 0,71/0,30 mm, U.S.S. sieto Nr. 25-50)	90,0

D PAVYZDYS

Vandenyje disperguojamos granulės/piliulės

Junginys 1.	25,0%
bevandenis natrio sulfatas	10,0%
nevalytas [*] kalcio ligninsulfonatas	5,0%
natrio alkilnaftalinsulfonatas	1,0%
kalcio/magnio bentonitas	59,0%

5

10

15

20

25

30

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

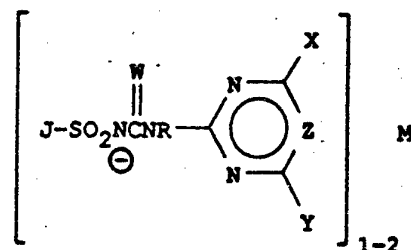
1. Būdas purkštuvo rezervuaro, kuris buvo naudotas sulfonilkarbamido pesticidui, likutiniam užterštumui sumažinti, b e s i s k i r i a n t i s t u o , kad jis susideda iš šių etapų;

i) prieš naudojant, purkštuvo rezervuare, paruošia žemės ūkiui tinkamą vandenyje tirpią sulfonilkarbamido druskos kompoziciją ir tuo būdu padidina sulfonilkarbamido tirpumą bei sumažina liekamąjį purkštuvo rezervuaro užteršimą esamu kiekiu netirpaus sulfonilkarbamido,

ii) paruoštą sulfonilkarbamido druskos kompoziciją naudoja pasėliams, siekiant kiek galima sumažinti kaupimąsi netirpaus sulfonilkarbamido purkštuvo rezervuare, ir

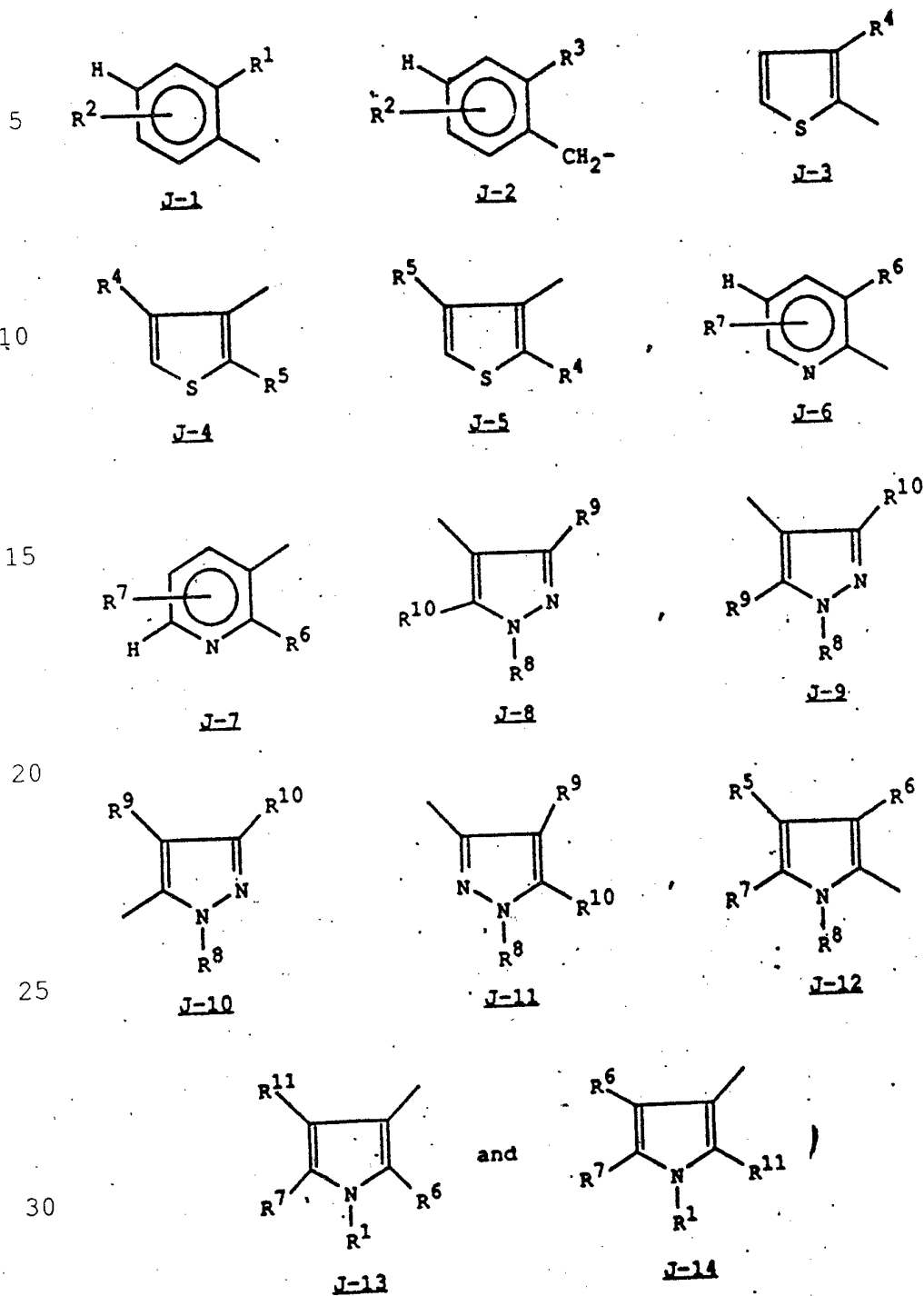
iii) po naudojimo iš purkštuvo rezervuaro kiek galima išplaunama sulfonilkarbamido likučius ir, atlikus operaciją, sulfonilkarbamido likučiai purkštuvo rezervuare yra žymiai mažesni, lyginant su liekančio sulfonilkarbamido kiekiu, kai pastarasis prieš naudojimą nebuvo pervestas į vandenyje tirpią druską.

2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s t u o , kad etape (i) sulfonilkarbamido druską:



kurioje

J atrenka iš grupės



35 kurioje

R atrenka iš grupių H ir CH₃;

R¹ atrenka iš grupių F, Cl, Br, NO₂, C₁-C₂ alkilo,

Cl-C₄ halogenalkilo, C₃-C₄ cikloalkilo, C₂-C₄
 halogenalkenilo C₁-C₄ alkoks, C₁-C₄
 halogenalkoksi, C₂-C₄ alkoksialkoksi, CO₂R¹²,
 C(O)NR¹³R¹⁴, SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸, CH₂CN ir L;

5

R² atrenka iš grupių H, F, Cl, Br, CN, CH₃, OCH₃, SCH₃,
 CF₃ ir OCF₂H;

10

R³ atrenka iš grupių Cl, NO₂, CO₂CH₃ ir OCH₂CH₃,
 SO₂N(CH₃)₂, SO₂CH₃, SO₂CH₂CH₃, OCH₃ ir OCH₂CH₃;

15

R⁴ atrenka iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂
 halogenalkilo, C₁-C₂ alkoksi, C₂-C₄
 halogenalkenilo, F, Cl, Br, NO₂, CO₂R¹², C(O)NR¹³R¹⁴,
 SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸ ir L;

R⁵ atrenka iš grupių H, F, Cl, Br ir CH₃;

20

R⁶ atrenka iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ alkoksi, C₂-C₄
 halogenalkenilo, F, Cl, Br, CO₂R¹², C(O)NR¹³R¹⁴,
 SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸ ir L.

R⁷ atrenka iš grupių H, F, Cl, CH₃ ir CF₃;

25

R⁸ atrenka iš grupių H, C₁-C₃ alkilo ir piridilo;

R⁹ atrenka iš grupių C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ alkoksi, F,
 Cl, Br, NO₂, CO₂R¹², SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, OSF₂H,
 C(O)R¹⁸, C₂-C₄ halogenalkenilo ir L.

30

R¹⁰ atrenka iš grupių H, Cl, F, Br, C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂
 alkoksi;

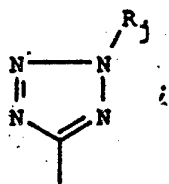
35

R¹¹ atrenka iš grupių H, C₁-C₃ alkilo, C₁-C₂ alkoksi,
 C₂-C₄ halogenalkenilo, F, Cl, Br, CO₂R¹²,
 C(O)NR¹³R¹⁴, SO₂NR¹⁵R¹⁶, S(O)_nR¹⁷, C(O)R¹⁸ ir L.

R¹² atrenka iš grupių alilo ir propargilo ir C₁-C₃

alkilo nebūtinai pakeisto nors vienu nariu,
nepriklausomai atrinktu iš halogeno, C_1-C_2 alkoksi
ir CN;

- 5 R^{13} atrenka iš grupių H, Cl, C_1-C_3 alkilo ir C_1-C_2 alkoksi;
- R^{14} yra C_1-C_2 alkilas;
- 10 R^{15} atrenka iš grupių H, C_1-C_3 alkilo, C_1-C_2 alkoksi, alilo ir ciklopropilo;
- R^{16} atrenka iš grupių H ir C_1-C_3 alkilo;
- 15 R^{17} atrenka iš grupių C_1-C_3 alkilo, C_1-C_3 halogenalkilo, alilo ir propargilo;
- R^{18} atrenka iš grupių C_1-C_3 alkilo, C_1-C_3 halogenalkilo ir C_3-C_5 cikloalkilo, nebūtinai pakeisto halogenu;
- 20 n yra 0,1 arba 2;
- M yra katijonas;
- 25 L yra



- 30 R_j atrenka iš grupių H ir C_1-C_3 alkilo;
- W atrenka iš grupių O ir S;
- 35 X atrenka iš grupių H, C_1-C_4 alkilo, C_1-C_4 alkoksi, C_1-C_4 halogenalkoksi, C_1-C_4 halogenalkilo, C_1-C_4 halogenalkiltio, C_1-C_4 alkiltio, halogeno, C_2-C_5

alkoksialkilo, C_2-C_5 alkoksialkoksi, amino, C_1-C_3 alkilamino ir di(C_1-C_3 alkil)amino;

Y atrenka iš grupių H, C_1-C_4 alkilo, C_1-C_4 alkoksi, C_1-C_4 halogenalkoksi, C_1-C_4 alkiltio, C_1-C_4 halogenalkiltio, C_2-C_5 alkoksialkilo, C_2-C_5 alkoksialkoksi, amino, C_1-C_3 alkilamino ir di(C_1-C_3 alkil)amino, C_3-C_4 alkeniloksi, C_3-C_4 alkiniloksi, C_2-C_5 alkiltioalkilo, C_2-C_5 alkilsulfinilalkilo, C_2-C_5 alkilsulfonilalkilo, C_1-C_4 halogenalkilo, C_2-C_4 alkinilo; C_3-C_5 cikloalkilo, azido ir ciano,

Z atrenka iš grupių CH ir N; numatant, kad

i) kai viena ar abi iš X ir Y yra Cl halogenalkoksi, tada Z yra CH ; ir

ii) kai X yra halogenas, tada Z yra CH ir Y yra OCH_3 , OCH_2CH_3 , $N(OCH_3)CH_3$, $NHCH_3$, $N(CH_3)_2$ ir OCF_2H .

3. Būdas pagal 2 punktą, besiskiriantis tuo, kad vartoja sulfonilkarbamido druską iš sulfonilkarbamido, atrinkto iš grupės: 2_chlor-N- [[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)amino] karbonil] - benzosulfonamidas (chlorsulfuron); metil 2-[[[(4,6-dimetil-2-pirimidinil) amino] karbonil] amino] sulfonil] - benzoatas (sulfometuron metil); etil 2-[[[(4-chlor-6-metoksi-2-pirimidinil)-amino] karbonil] amino] sulfonil] - benzoatas (chlorimuron etil); metil 2-[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)amino] karbonil] amino] sulfonil] - benzoatas (metsulfuronmetil); metil 2-[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil)amino] karbonil] amino] sulfonil] - 6-(trifluor-metil)-3-piridinokarboksilatas; metil 2-[[[(4-etoksi-6-(metilamino)-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] amino] -sulfonil] benzoatas (etametsulfuron metil); 2-(2-chloretoksi)-N-[[(4-

metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] benzolsulfonamidas; etil 5-[[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil) amino] karbonil] amino] sulfonil] -1-metil-1H-pirazolo-4-karboksilatas; N-[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil) amino] karbonil] -3-(etilsulfonil) -2-piridin-sulfonamidas (rimsulfuron), metil 3-[[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] amino] sulfonil] -2-tiofenkarboksilatas (tifensulfuronmetil); metil 2-[[[[N-(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) -N-metilamino] -karbonil] amino] sulfonil] benzoatas (tribenuron metil); metil 2-[[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil) amino] karbonil] -amino] sulfonil] -metil] benzoatas (bensulfuron metil); 2-[[[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil) amino] karbonil] -amino] sulfonil] -N,N-dimetil-3-piridinkarboksidamidas (nikosulfuron); metil 2-[[[[(4,6-bis(dufluorometoksi)-2-pirimidinil] amino] karbonil] amino] -sulfonil] benzoatas; metil 2-[[[[(4-dimetilamino) -6-(2,2,2-trifluoroetoksi) -1,3,5-triazin-2-il] amino] karbonil] amino] -sulfonil] -3-metil-benzoatas; ir N-[[(4,6-dimetoksi-2-pirimidinil) amino] -karbonil] -1-metil-4-(2-metil-2H-tetrazol-5-il) -1H-pirazolo-5-sulfonamidas.

4. Būdas pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad vartoja druską nors vieno nario iš grupės 3-[[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] amino] sulfonil] -2-tiofenkarboksilato, (tifensulfuron metil), metil 2-[[[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] amino] sulfonil] benzoato, (metsulfuron metil), metil 2-[[[[N-(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) -N-metilamino] karbonil] amino] sulfonil] benzoato, (tribenuron metil) ir 2-chloro-N-[[(4-metoksi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il) amino] karbonil] benzolsulfonamido (chlorsulfuron), kur M atrenka iš natrio, kalio, kalcio, amonio ir alkilamonio grupių.

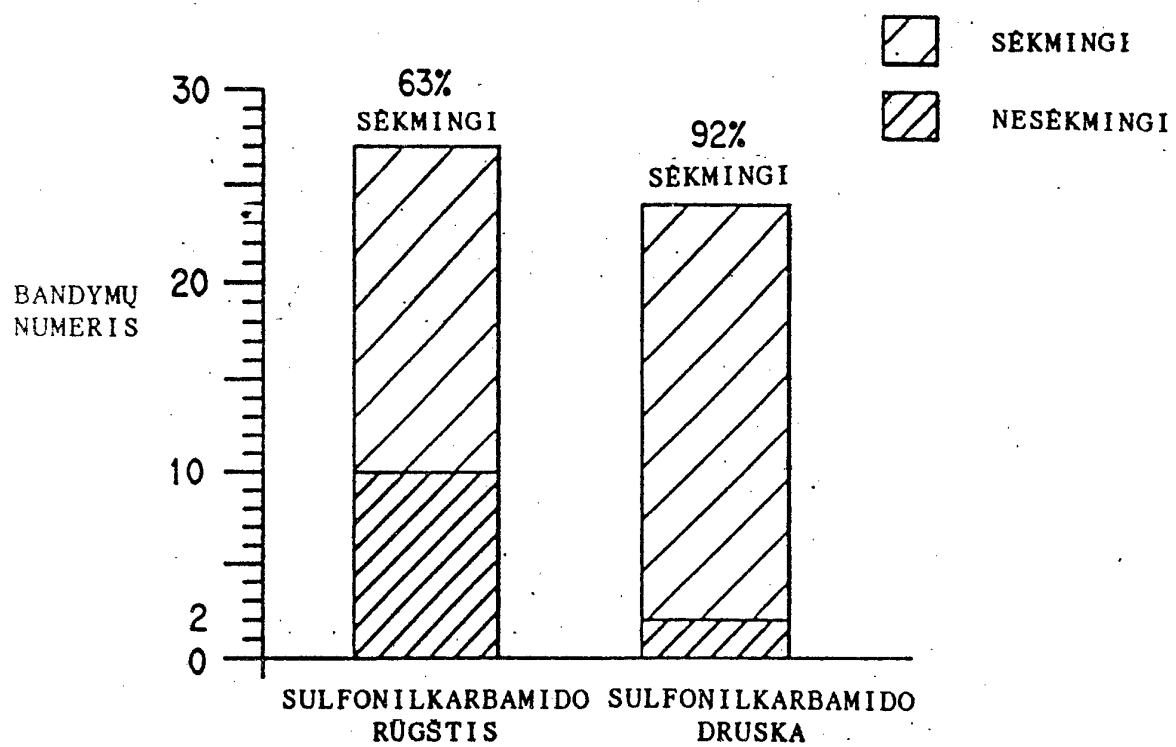
5. Būdas pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad vartoja sulfonilkarbamido druską be rezervuaro
mišinio partnerio.
- 5 6. Būdas pagal 4 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad vartoja sulfonilkarbamido druską be rezervuaro
mišinio partnerio.
- 10 7. Būdas pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad vartoja sulfonilkarbamido druską be rezervuaro
mišinio partnerio.
- 15 8. Būdas pagal 4 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad vartoja sulfonilkarbamido druską be rezervuaro
mišinio partnerio.
- 20 9. Būdas pagal 6 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad purkštuvo rezervuaro valymą pagerina
mažiausiai 4 kartus.
10. Būdas pagal 8 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad purkštuvo rezervuaro valymą pagerina
mažiausiai 4 kartus.

25

30

35

PIEŠINYS Nr. 1



PIEŠINYS Nr. 2

