

Nova visokokoncentrovana formulacija na bazi 2,4-D 2-etilheksil estra i njena biološka efikasnost

Zlatko Orešković¹, Milan Damjanović¹, Ljiljana Radivojević²,
Radmila Stanković-Kalezić² i Slavica Gašić¹

¹"Galenika-fitofarmacija" a.d., Beograd-Zemun;

²Institut „Srbija“, Centar za pesticide i zaštitu životne sredine, Beograd-Zemun

REZIME

Visokokoncentrovana EC formulacija 2,4-D 2-etilheksil estra pripremljena je tako što je u odgovarajući tehnički proizvod dodata smeša anjonskih i nejonskih emulgatora. Nakon formulisanja praćen je sadržaj aktivne materije, odmah po pripremanju, zatim nakon hladnog i tropskog testa. Osim sadržaja aktivne materije određivane su i druge fizičko-hemijske karakteristike, a rezultati ukazuju da se dobijene vrednosti kreću u utvrđenim granicama za ovaj tip formulacije. Ovako formulisan proizvod podvrgnut je proverbi biološke efikasnosti.

Ispitivanja biološke efikasnosti obavljena su tokom 2004. godine u usevu kukuruza, na tri lokaliteta: Dobanovci, Glogonjski rit i Debrč, po metodologiji OEPP/EPPO. Dobijeni rezultati su pokazali da je 2,4-D 2-EHE, formulisan na prethodno opisan način, ispoljio dobru efikasnost u suzbijanju većeg broja širokolisnih korova.

Ključne reči: 2,4-D 2-EHE; sadržaj aktivne materije; fizičko-hemijske karakteristike; biološka efikasnost

UVOD

Već duže vreme u svetu, a sve više i u našoj zemlji, pažnja javnosti se ne zadržava samo na aktivnim materijama pesticida, već i na ostalim komponentama koje ulaze u sastav preparata. Kada je reč o koncentratima za emulzije, to se, pre svega, odnosi na rastvarače od kojih su neki, kako je utvrđeno, štetni po zdravlje ljudi, što predstavlja problem za

njihovu primenu. Najčešće korišćeni rastvarač, kada je reč o ovom tipu formulacija, je ksilol koji je još 90-ih godina US EPA (United States Environmental Protection Agency) stavila na listu opasnih hemikalija, štetnih po zdravlje ljudi. Jedan od načina da se ovaj problem prevaziđe je zamena ksilola drugim rastvaračima koji imaju prihvatljivije toksikološke

i ekotoksikološke osobine, ili pripremanje visokokoncentrovanih EC formulacija u kojima rastvarača uopšte nema.

Visokokoncentrovane EC formulacije sastoje se samo od tehničke materije i emulgatora, a sa vodom grade stabilne emulzije. Nema velikih razlika u osobinama između EC i koncentrovanih EC formulacija kada se radi o stabilnosti, a za njihovo pripremanje i primenu koristi se ista oprema kao i za EC formulacije. Prednosti visokokoncentrovanih formulacija u odnosu na klasične EC formulacije su sledeće: smanjena fitotoksičnost, viša tačka paljenja, ekonomičnost (nema troškova za rastvarač, a smanjeni su i troškovi transporta). Jednom rečju, visokokoncentrovane EC formulacije zadržavaju sve dobre osobine koje imaju klasične EC formulacije, a pored toga pokazuju i već navedene prednosti (Friebert i Yang, 1996).

Cilj ovog rada bio je da se napravi nova visokokoncentrovana formulacija (koncentrat za emulziju) na bazi 2,4-D 2-etilheksilestra za primenu u usevu kukuruza, ispituju njene fizičko-hemijske karakteristike i proveriti biološka efikasnost formulacije.

MATERIJAL I METODE

U sastav visokokoncentrovane formulacije 2,4-D2-etilheksilestra ulaze tehnička materija (98.1%), proizvod firme Atul Limited, Agrochemical Division, Indija, i smesa anjonskih i nejonskih emulgatora, firme Akzo Nobel, Holandija. Proces formulisanja obavljen je (kratkim mešanjem komponenti) tako što je u odgovarajuću tehničku materiju dodata smesa anjonskih (na bazi kalcijum dodecilbenzen sulfonata) i nejonskih (na bazi alkohol alkoksilata, sa bazom za etoksilovanje/propoksilovanje C_8-C_{18}) emulgatora. Nakon formulisanja određen je sadržaj aktivne materije, odmah po pripremanju, zatim nakon hladnog (sedam dana) i nakon tropskog testa (15 dana). Osim sadržaja aktivne materije određivane su i druge fizičko-hemijske karakteristike uobičajene za ovaj tip formulacije. Ovako formulisan proizvod podvrgnut je proverbi biološke efikasnosti.

Sadržaj aktivne materije u formulisanom preparatu određivan je metodom gasne hromatografije, prema uslovima datim u Tabeli 1.

Tabela 1. Radni uslovi na gasnom hromatografu

Table 1. GC conditions during measuring

Instrument:	DANI 86.10
Apparatus:	
GC kolona:	CP Sil 5 CB 10m x 0.12µm x 025 mm i.d. Crompack
GC column:	
Injektor:	Split na 300°C
Injector:	
Temp. kolone:	Izokratski na 200°C
Temp. column	Isocratic flow at 200°C
Injektovanje:	Injekciona zapremina 10 µl
Injection:	Inection volume 10µl
Detektor:	FID na 330°C
Detector:	
Vodonik:	40 ml/min
Hydrogen:	
Vazduh:	300 ml/min
Air:	
Make-up:	20 ml/min
Noseći gas	Azot 1.2 ml/min
Current gas:	Nitrogen 1.2 ml/min
Split odnos:	1:70
Split relation:	
Integracioni sistem:	Data Jet SP Termo Separation Product
Integration system:	

Za određivanje fizičko-hemijskih karakteristika korišćene su standardne, CIPAC, metode (CIPAC, 1995), i to:

- Određivanje pH vrednosti – CIPAC MT 75;
- Postojanost pene – CIPAC MT 47.2;
- Zapreminska masa – CIPAC MT 3;
- Stabilnost emulzije i reemulzifikacija – CIPAC MT 36.1;
- Stabilnost na 0°C – CIPAC MT 39;
- Stabilnost pri skladištenju na 54°C – CIPAC MT 46.

Ispitivanja biološke efikasnosti formulacije

2,4-D 2-EHE obavljena su u usevu kukuruza tokom 2004. godine, na lokalitetima Dobanovci, Glogonjski rit i Debrč, po metodologiji OEPP/EPPO (1998. i 1999). Preparat je primenjen u količinama 0.6, 0.7, 0.8 L/ha, kada je kukuruz bio u fazi 4-5, a korovi 2-6 listova. Kao standardni preparat u ovim ispitivanjima korišćen je Esteron (850 g/L 2,4-D 2-EHE).

REZULTATI I DISKUSIJA

Rezultati ispitivanja prikazani su u Tabelama 2-6.

Tabela 2. Sastav i fizičko-hemijske osobine formulacije odmah nakon pripremanja

Table 2. Composition and physical and chemical properties just after preparing formulation

2,4-D-2 EHE tehnički (100%)	90%
Smesa emulgatora: Mixture of emulsifiers:	10%

Rezultati analize – Results of analysis:

Sadržaj a.m.: Active ingredient content:	1041.8 g/L
pH (1% emulzija): pH (1% emulsion):	6.40
Postojanost pene: Foaming:	5.7 cm ³
Zapreminska masa: Density:	1.1389 g/cm ³
Stabilnost emulzije i reemulzifikacija: Stability of emulsion and re-emulsification:	30 min. - 0/0 cm ³
	1 h - 0/0 cm ³
	2 h - 0/0 cm ³
	24 h - 0/0.5 cm ³
	REE - 0/0 cm ³

Tabela 3. Fizičko-hemijske osobine formulacije nakon hladnog testa

Table 3. Physical and chemical properties after cool test

Sadržaj a.m.: Active ingredient content:	1043.9 g/L
Zapreminska masa: Density:	1.1384 g/cm ³
pH (1% emulzija): pH (1% emulsion):	6.39
Postojanost pene: Foaming:	5.5 cm ³
Stabilnost emulzije i reemulzifikacija: Stability of emulsion and re-emulsification:	30 min. - 0/0 cm ³
	1 h - 0/0 cm ³
	2 h - 0/0 cm ³
	24 h - 0/0 cm ³
	REE - 0/0 cm ³

Tabela 4. Fizičko-hemijske osobine formulacije nakon tropskog testa
Table 4. Physical and chemical properties after tropical test

Sadržaj a.m:	1002.9 g/L
Active ingredient content:	
Zapreminska masa:	1.1380 g/
Density:	cm ³
pH (1% emulzije):	6.34
pH (1% emulsion):	
Postojanost pene:	6.5 cm ³
Foaming:	
	30 min. - 0/0 cm ³
	1 h - 0/0 cm ³
	2 h - 0/0 cm ³
	24 h - 0/0 cm ³
	REE - 0/0 cm ³
Stabilnost emulzije i reemulzifikacija:	
Stability of emulsion and re-emulsification:	

Kao što se vidi, fizičko-hemijski parametri pripremljene formulacije bili su dobri (Tabela 2); poređenjem rezultata dobijenih nakon hladnog testa (Tabela 3) sa rezultatima dobijenim odmah po pripremanju formulacije (Tabela 2), vidi se da je došlo samo do neznatnih (veoma malih) promena u sadržaju aktivne materije i pH vrednosti. Kada je reč o rezultatima dobijenim nakon tropskog testa (Tabela 4) vidi se da je sadržaj aktivne materije bio nešto niži (1002.9 g/L) u odnosu na polaznu formulaciju (1041.8 g/L) ali to smanjenje iznosi samo 3.73%. Nešto niža bila je i pH (6.34) u odnosu na polaznu pH vrednost (6.40). Proverom stabilnosti formulacije utvrđena je visoka stabilnost emulzija za sve ispitivane slučajeve.

Rezultati biološke efikasnosti ove formulacije 2,4-D 2-EHE prikazani su u Tabelama 5 i 6. Ispitivanja koja su obavljena tokom 2004. godine u usevu kukuruza (lokaliteti: Dobanovci, Glogonjski rit i Debrč), pokazala su da je 2,4-D 2-EHE ispoljio dobru efikasnost (>90%) u suzbijanju većeg broja širokolisnih korova, kao što su: *Helianthus annuus*, *Chenopodium album*, *Sinapis arvensis*, *Amaranthus retroflexus*, *Sonchus oleraceus*, a zadovoljavajuću

efikasnost (75-90%) u suzbijanju *Datura stramonium* i *Polygonum aviculare*. Pri nižim količinama primene (0.6 i 0.7 L/ha) nije bio dovoljno efikasan za *Cirsium arvense*, *Abutilon theophrasti*, *Polygonum lapatifolium* i *Datura stramonium*, i nije bio dovoljno efikasan (sve tri ispitivane količine) za *Hibiscus trionum*. U toku izvođenja oglada nije uočeno fitotoksično delovanje preparata na usev kukuruza.

Biološka efikasnost ove formulacije 2,4-D 2-EHE bila je na nivou standardnog preparata (Esteron – 850 g/L 2,4-D 2-EHE), a u nekim slučajevima efikasnost je bila i veća.

Na osnovu dobijenih rezultata može se zaključiti da su fizičko-hemijske karakteristike ove formulacije zadovoljavajuće; dobijen je proizvod sa sadržajem 2,4-D 2-etilheksil estra u iznosu od 1041.8 g/L, ekvivalentni sadržaj kiseline 2,4-D iznosi 690.78 g/L, dok sadržaj slobodne kiseline 2,4-D iznosi 5.21 g/L. Dobijeni proizvod je ispoljio dobru efikasnost u suzbijanju velikog broja širokolisnih korova; istu ili nešto bolju nego standard, odnosno preparati registrovani za tu namenu kod nas.

Tabela 5. Efikasnost nove formulacije 2,4-D 2-EHE u usevu kukuruza – I ocena*
Table 5. Efficacy of 2,4-D 2-EHE formulation in maize – I Assessment*

Korovi-Weeds	Kontrola Control	2,4-DEHE (0.6 L/ha)		2,4-DEHE (0.7 L/ha)		2,4-DEHE (0.8 L/ha)		Esteron (0.8 L/ha)		Esteron (1.0 L/ha)	
		Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)
<i>Helianthus annuus</i>	36	2	94.4	2.5	93.1	2	94.4	3	91.7	2.5	93.1
<i>Cirsium arvense</i>	21	4.8	77.4	4.3	79.8	2	90.5	2	90.5	0	100
<i>Datura stramonium</i>	11.5	2	82.6	1.3	89.1	1.3	89.1	2	82.6	2	82.6
<i>Abutilon theophrasti</i>	8	3	62.5	2	75	0.8	90.6	2	75	0	100
<i>Chenopodium album</i>	5.5	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
<i>Polygonum lapatifolium</i>	4.8	1.3	73.6	1.3	73.6	0.5	89.5	1	78.9	0	100
<i>Hibiscus trionum</i>	4.3	1.3	70.6	1	76.5	0.5	88.2	0.8	82.4	0.5	88.2
<i>Solanum nigrum</i>	4	0.5	87.5	0.5	87.5	0.3	93.8	1	75	0.5	75
<i>Sinapis arvensis</i>	4.8	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
<i>Amaranthus retroflexus</i>	3	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
<i>Sonchus oleraceus</i>	3	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
<i>Polygonum aviculare</i>	3	1	66.7	0.5	83.4	0.5	83.4	0.8	75	0.3	91.7
Ukupan broj korova Total weeds number	108.9	15.9	85.4	13.4	87.7	7.9	92.7	12.6	88.4	5.8	94.7
Fitotoksičnost (1-9) Phytotoxicity (1-9)	-	1	-	1	-	1	-	-	-	-	-

*Rezultati predstavljaju srednje vrednosti sa tri lokaliteta

*Results present means of three localities

Tabela 6. Efikasnost nove formulacije 2,4-D 2-EHE u usevu kukuruza – II ocena*
Table 6. Efficacy of 2,4-D 2-EHE formulation in maize – II Assessment*

Korovi-Weeds	Kontrola Control	2,4-DEHE (0.6 L/ha)		2,4-DEHE (0.7 L/ha)		2,4-DEHE (0.8 L/ha)		Esteron (0.8 L/ha)		Esteron (1.0 L/ha)	
		Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)	Broj/m ² No./m ²	Efik. Eff. (%)
<i>Helianthus annuus</i>	51	4	92.2	3.5	93.2	2	96.1	5	92.2	2.5	95.1
<i>Cirsium arvense</i>	19	2	89.5	2	89.5	2	89.5	1	94.7	0	100
<i>Datura stramonium</i>	8	1.3	84.4	1	87.5	1	87.5	2	75	2	75
<i>Abutilon theophrasti</i>	12.5	3.3	74	3	76	1.3	90	1	92	1	92
<i>Chenopodium album</i>	4	0	100	0.5	87.5	0	100	0	100	0	100
<i>Polygonum lapatifolium</i>	5.8	1.5	73.9	1.8	69.6	0.5	91.3	1	82.6	0.8	87
<i>Hibiscus trionum</i>	4.3	1	76.5	1	76.5	0.5	88.2	0.5	88.2	0.5	88.2
<i>Solanum nigrum</i>	3.5	0.8	78.6	0.3	92.6	0.3	92.6	1	71.4	0.5	85.7
<i>Sinapis arvensis</i>	4	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
<i>Amaranthus retroflexus</i>	3	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
<i>Sonchus oleraceus</i>	3	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
<i>Polygonum aviculare</i>	3	1	66.7	0.5	83.3	0.3	91.7	0.3	91.7	0.3	91.7
Ukupan broj korova Total weeds number	121.1	14.9	87.7	13.6	88.8	7.9	93.4	11.8	90.2	7.6	93.7
Fitotoksičnost (1-9) Phytotoxicity (1-9)	-	1	-	1	-	1	-	-	-	-	-

*Rezultati predstavljaju srednje vrednosti sa tri lokaliteta

*Results present means of three localities

LITERATURA

Friberg, E. S. and Yang, J.: Emulsions and Emulsions Stability. **In:** Surfactant Science Series Vol. 61: (Sjoblom, ed.), Marcel Dekker, Inc., New York, USA, 1996.

CIPAC: CIPAC Handbook – Volume F. Physico-Chemical Methods for Technical and Formulated Pesticides (W. Dobrat and A. Martin, eds.). Collaborative International Pesticides Analytical Council Limited, Harpenden, Herts, AL5 2HG, England, 1995.

OEPP/EPPO: Guidelines for the Efficacy Evaluation of Plant Protection Products – Vol. 4: Herbicides and Plant Growth Regulators. European and Mediterranean Plant Protection Organization, Paris, France, 1998, pp. 6-10.

OEPP/EPPO: Guidelines for the Efficacy Evaluation of Plant Protection Products – Vol. 1: Phytotoxicity Assessment – Introduction, General and Miscellaneous Guidelines. European and Mediterranean Plant Protection Organization, Paris, France, 1999, pp. 31-36.

New Highly Concentrated Formulation of 2,4-D 2-Ethylhexyl Ester and Its Biological Efficacy

SUMMARY

Highly concentrated EC formulation 2,4-D 2-ethylhexyl ester was prepared by addition mixture of nonionic and anionic emulsifiers in the technical grade material. The active ingredient content determined after preparation, than after cool and tropical tests. Also the other physico-chemical properties which were typical for this type of formulation were determined. According to the results the product had favorable properties. The formulated product was subjected to biological efficacy test.

The OEPP/EPPO method was employed to test the biological efficacy of the product in maize crop on Dobanovci, Glogonjski rit and Debrč. localities in 2004. The product was found to be efficient in controlling many of broad-leaved weeds.

Keywords: 2,4-D 2-EHE; Active ingredient content; Physico-chemical properties; Biological efficacy