



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTELEGNINGSSKRIFT Nr. 143779

**[C] (45) PATENT MEDDELT
15. APR. 1981**

(51) Int. Cl.³ A 01 N 25/08, 43/58

(21) Patentsøknad nr. 763614

(22) Inngitt 22.10.76

(23) Løpedag 22.10.76

(41) Alment tilgjengelig fra 28.04.77

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 05.01.81

(30) Prioritet begjært 27.10.75, Forbundsrepublikken Tyskland,
nr. P 25 47 968

(54) Oppfinnelsens benevnelse Herbicid preparat i form av en
vandig suspensjon.

(71)(73) Søker/Patenthaver BASF AKTIENGESELLSCHAFT,
Carl-Bosch-Str. 38,
D-6700 Ludwigshafen,
Forbundsrepublikken Tyskland.

(72) Oppfinner GOTTHARD SYNNATSCHKE, Ludwigshafen,
WALTER GUECKEL, Limburgerhof,
Forbundsrepublikken Tyskland.

(74) Fullmektig Cand.mag. Johan H. Gørbitz,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Den foreliggende oppfinnelse angår et herbicid preparat på basis av 1-fenyl-4-amino-5-klor- (eller -5-brom)-pyridazon-(6) i form av en vandig suspensjon.

Det er kjent å anvende pyridazoner, særlig de ovenfor nevnte, som herbicider. Det virksomme stoff anvendes oftest i form av en sprøytevæske som sprøytes på plantene. Det er kjent å fremstille denne sprøytevæske av vann og et sprøytepulver eller en høykonsentrert vandig suspensjon.

Sprøytepulver har den ulempe at den herbicide virkning, særlig i tørt klima, inntreffer bare langsomt og ofte er utilfredsstillende. Disse ulemper forårsakes av at sprøytevæsken har dårlig kvalitet, at produktet er ujevnt malt, at herbicidet er ujevnt fordelt på plantene og jorden og av at det virksomme stoff ikke tilstrekkelig lett trenger gjennom bladoverflaten på de uønskede planter, idet bladoverflaten blir mindre gjennomtrengelig ved lengre tids tørke.

Disse ulemper ved sprøytepulver blir til dels overvunnet ved hjelp av de kjente høykonsentrerte vandige suspensjoner (DT-OS 2 412 270, US-PS 3 834 889, eksempel 6e). Men også disse tilberedelsesformer har en avgjørende ulempe: som tofase-systemer (fast-flytende) er de ustabile og har tendens til fase-separasjon, og denne er desto sterkere jo lengre preparatet lagres og jo høyere lagringstemperaturen er. I mange tilfelle danner det seg i emballasjen meget seige, kompakte avsetninger som ikke lar seg redispergere ved rysting for hånd. Ved fremstilling av en vandig suspensjon i henhold til US-PS 3 834 889, eksempel 6e, erholdes en sterkt tiksotrop pasta som straks blir snittfast og derfor bare ufullstendig og med vanskelighet kan uttas fra beholderen når pastaen skal fortynnes med vann for fremstilling av en sprøytevæske.

Det ble nå funnet at disse ulemper ved de høykonsen-

trerte vandige suspensjoner ikke opptrer når suspensjonen inneholder kiselsyre og et blokkpolymerisat av propylenglykol, propylenoksyd og etylenoksyd.

Eksempelvis inneholder herbicidsuspensjoner ifølge oppfinnelsen

20-50 vekt% virksomt stoff
5-15 vekt% antifrostmiddel
2-10 vekt% dispergeringsmiddel
0,5- 5 vekt% kiselsyre
0,5- 5 vekt% blokkpolymerisat
resten vann.

Antifrostmidler er f.eks. etylenglykol, propylenglykol, glycerol, urinstoff, og fortrinnsvis anvendes etylenglykol.

Med dispergeringsmiddel menes alle overflateaktive stoffer som er kjente hjelpemidler ved fremstilling av plantevernmidler; man anvender fortrinnsvis natriumsaltet av et kondensasjonsprodukt av fenolsulfonsyre, urinstoff og formaldehyd. Slike kondensasjonsprodukter er eksempelvis beskrevet i DT-PS 1 113 457 og 1 178 081.

Som kiselsyre anvendes fortrinnsvis syntetisk kiselsyre.

Med blokkpolymerisat eller blokkpolymer menes et produkt som dannes når propylenglykol først omsettes med propylenoksyd og deretter med etylenoksyd. Man foretrekker et produkt med en polypropylenoksyd-kjerne med molekylvekt på 3000-3500 og et etylenoksyd-innhold på 50%, slik at total-molekylvekten ligger ved 6000-7000.

Det vann som anvendes, er fortrinnsvis fullstendig avsaltet.

Fremstillingen av de herbicide preparatene ifølge oppfinnelsen skjer ved finmaling av de suspenderte virksomme stoffer under tilsetning av de øvrige bestanddeler i møller (f.eks. sand- eller perlemøller). Etter malingen har minst 80 vekt% av partiklene en størrelse under 2 μ m.

De herbicide preparatene ifølge oppfinnelsen oppviser en like god herbicid virkning som de kjente sprøytepulvere og konsentrerte vandige suspensjoner.

De følgende eksempler vil ytterligere belyse oppfinnelsen og de fordelaktige egenskaper, som oppnås.

Eksempel 1

43 vektdeler 1-fenyl-4-amino-5-klorpyridazon-(6), 10 deler etylenglykol, 6 deler av et natriumsalt av et kondensasjonsprodukt av fenolsulfonsyre, urinstoff og formaldehyd, 2 deler syntetisk kiselsyre, 3 deler av en blokkpolymer bestående av en polypropylenoksyd-kjerne med molekylvekt på ca. 3 250, påpodet etylenoksyd til en molekylvekt på ca. 6 500, blandes og fylles opp med vann til 100 ml (prøve B, ifølge oppfinnelsen).

43 vektdeler 1-fenyl-4-amino-5-klorpyridazon-(6), 2 deler dodecylbenzensulfonsyre-dietanolaminsalt, 4 deler av et natriumsalt av et kondensasjonsprodukt av sulfonert naftalin, urinstoff og formaldehyd blandes og fylles opp med vann til 100 ml (prøve A, tilsvarende eksempel 1 i DT-OS 2 412 270).

De to blandinger ble malt i en perlemølle i like lang tid, slik at begge prøver hadde samme kornstørrelsesfordeling. I det foreliggende tilfelle var ca. 95 vekt% av partiklene mindre enn 2 μm .

Begge prøvene ble lagret under samme betingelser, nemlig ved 20, 30 og 40°C.

Ved lagringens begynnelse var prøve A en tiksotrop pasta som ved rysting lett kunne gjøres flytedyktig. Etter 6 måneders lagring ved de nevnte temperaturer hadde egenskapene forandret seg som følger:

20°C: tykk pasta, som er vanskelig å gjøre flytedyktig ved lang tids rysting;
30 og 40°C: snittfast pasta, som selv ved lang tids kraftig rysting ikke blir flytedyktig.

Prøve B var ved lagringens begynnelse en tynn pasta som viste meget god flytedyktighet selv uten rysting. Etter 6 måneders lagring ved de nevnte temperaturer hadde den lagrede prøve ikke forandret seg, bortsett fra en ubetydelig dannelselse av et sjikt av klar væske på overflaten. Den lille inhomogenitet lar seg eliminere ved kort tids rysting. Vesentlig er det først og fremst at denne prøve har beholdt sin gode flytedyktighet, og at kvaliteten ikke avhenger av lagringstemperaturen.

Mens prøve A allerede etter en lagringstid på 6 måneder ved 20°C var blitt ubruktbar for fremstilling av en sprøytevæske for praktiske formål, er prøve B etter like lang tid ved

143779

4

40°C fremdeles like godt brukbar som umiddelbart etter fremstillingen. Særlig dette resultat ved høyere temperaturer gir anledning til å trekke den slutning at produktet kan lagres i flere år ved normaltemperatur (20°C og derunder).

Eksempel 2

43 vektdeler 1-fenyl-4-amino-5-klorpyridazon-(6), 5 deler av et kondensasjonsprodukt av sulfonert fenol, urinstoff og formaldehyd som er kondensert med et separat fremstilt fenol-formaldehyd-kondensat, 10 deler etylenglykol og 0,1 del triisobutylfosfat blandes og fylles opp med vann til 100 ml (prøve C, tilsvarer tilnærmet prøve B, men er uten blokkpolymer og kiselsyre).

Denne blanding males som beskrevet i eksempel 1 og lagres for sammenligning med prøve B (eksempel 1) ved forskjellige temperaturer.

Prøve C var ved lagringens begynnelse en viskøs pasta som fremdeles hadde en brukbar flytedyktighet. Etter 6 måneders lagring ved 20, 30 og 40°C har den egenskap ikke forandret seg når man ser bort fra dannelsen av et tynt sjikt av klar væske over pastaen. Ved kraftig rysting kunne den homogene begynnelses-tilstand igjen tilveiebringes. Ved lagring ved 50°C var prøven etter 6 måneder imidlertid blitt ubrukbar, da det hadde dannet seg en stor mengde klar væske øverst og en tykk, meget seig, ikke opprystbar bunnavsetning.

Egenskapene til prøve B ifølge oppfinnelsen er beskrevet i eksempel 1. Ved den i eksempel 2 ytterligere anvendte lagringstemperatur på 50°C forandret ikke prøvens egenskaper seg jevnført med en lagringstemperatur på 40°C, og prøve B kunne således ved lett rysting igjen gjøres homogen og brukbar for anvendelsen.

Dette eksempel viser oppfinnelsesproduktets overlegenhet særlig ved forhøyede lagringstemperaturer.

Eksempel 3

Det ble fremstilt:

- a) et produkt ifølge eksempel 1, prøve B;
- b) et produkt ifølge eksempel 1, prøve B, men uten de der nevnte 2 deler syntetisk kiselsyre (prøve D).

De to produkter ble lagret under samme betingelser.

Umiddelbart etter fremstillingen var det ingen forskjell mellom produktene B og D. Allerede etter 4 ukers lagring ved 20, 30, 40 og 50°C var produkt D blitt ubrukbart, da det i alle prøver uavhengig av temperaturen hadde dannet seg et seigt bunnfall som heftet sterkt til karetts bunn, og som selv ved lengre tids kraftig rysting ikke lot seg redispersere. Prøve B var stadig uforandret under denne lagringstid.

Eksempel 4

For sammenligning mellom prøve A (I) og B (II) ble det utført 4 frilandsforsøk på forskjellige steder. Jordsmonnet var i alle disse tilfeller sandholdig leire. De anvendte mengder var 2,6 kg virksomt stoff pr. hektar. Som fortynningsmiddel ved sprøytingen ble det anvendt vann. Sprøytingen ble utført før oppkomsten av kulturplantene og uønskede planter, samt på andre parseller også etter plantenes oppkomst. Ved sistnevnte fremgangsmåte befant sukkerroene seg i stadiet med 1-2 ekte blader, mens ugressplantene hadde 1-5 ekte blader. Alle forsøk ble gjentatt 4 ganger. Sukkerroene var representert på alle de nevnte steder. Ugressplantene varierte og var ikke representert over alt. Noen arter forekom én gang, andre tre ganger.

Den følgende tabell viser de verdier som ved visuell undersøkelse ble funnet 2-4 uker etter den sprøyting som ble foretatt etter plantenes oppkomst.

Tabell

Resultat:

1. Prøve A og prøve B forårsaket ved begge anvendelsesmåtene ingen eller bare minimale skader på sukkerroene.
2. Ved sprøyting før plantenes oppkomst viste begge prøver i gjennomsnitt en god bekjempelse av de uønskede planter. For noen arters vedkommende var virkningen dårlig, men for mange arter var den meget god.
3. Ved sprøyting etter plantenes oppkomst var virkningen av de to prøvene under de gitte forsøksbetingelser ikke helt tilfredsstillende; prøve B var ubetydelig gunstigere.
4. Med hensyn til kulturplante-forenelighet og ugressbekjempelse kan de to prøver ansees å være likeverdige.

Sammenligning mellom to prøver til ugressbekjempelse blant sukkerroer ved sprøyting før plantenes oppkomst (FO) og etter plantenes oppkomst (EO):

143779

6

Testplanter

Sammensetning og biologisk
virkning (% beskadiget, visuell
vurdering)Prøve A Prøve B
2,6 kg virksomt 2,6 kg virk-
stoff/ha somt stoff/ha

	Anvendelsesmetode			
	FO	EO	FO	EO
Beta vulgaris (sukkerroer)	1,0	0	1,0	1,5
Poa annua	100	97,5	100	98
Atriplex patula	85	32,5	85	60
Brassica napus var. napo- brassica (Ausfallsraps)	95	90	95	91
Chenopodium album	87	68	84	75
Galium aparine	70	49	70	60
Lamium purpureum	99	91	98	94
Matricaria chamomilla	98	81	99	89
Polygonum aviculare	91	20	93	65
Polygonum convolvulus	95	79	95	88
Raphanus raphanistum	97	32,5	93	32,5
Sinapis arvensis	75	75	75	75
Stellaria media	95	65	95	86
Thlaspi arvense	97,5	100	97,5	99
Veronica persica	100	89	99	95
Vicia spp.	97	25	95	32,5
Viola tricolor	97,5	49	98	32,5
Middelverdier for alle ugress- planter	93	65	92	71

Vurderingsskjema 0 til 100%

0 = ingen beskadigelse
100 = alle planter ødelagt
eller ikke kommet opp.

P a t e n t k r a v .

Herbucid preparat på basis av 1-fenyl-4-amino-5-klorpyridazon-(6) eller 1-fenyl-4-amino-5-brompyridazon-(6) i form av en vandig suspensjon med et innhold av virksomt stoff på 20-50 vekt%, k a r a k t e r i s e r t v e d a t det inneholder kiselsyre og en blokkpolymer av propylenglykol, propylenoksyd og etylenoksyd.