



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP



(21) Patentansøgning nr.: 0009/79

(51) Int.Cl.⁵ C 07 F 9/38
A 01 N 57/20

(22) Indleveringsdag: 02 jan 1979

(41) Alm. tilgængelig: 04 jul 1979

(44) Fremlagt: 07 maj 1990

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 03 jan 1978 US 866677

(71) Ansøger: *MONSANTO COMPANY; 800 North Lindbergh Boulevard; St. Louis; Missouri 63166, US

(72) Opfinder: Erhard John *Prill; US

(74) Fuldmægtig: Hofman-Bang & Boutard A/S

(54) **Natriumsalt af N-phosphonomethylglycin, i agrikulturmæssig henseende nyttig blanding indeholdende dette natriumsalt, fremgangsmåde til bekæmpelse af vegetation under anvendelse af dette natriumsalt og fremgangsmåde til forøgelse af saccharoseindholdet af sukkerrør under anvendelse af dette natriumsalt**

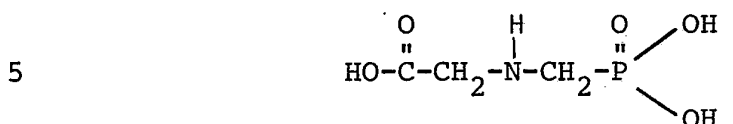
(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammen drag:

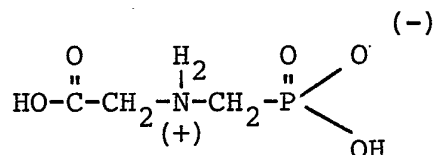
9 - 79

Sesqui-natriumsaltet af N-phosphonomethylglycin fremstilles ved neutralisering af N-phosphonomethylglycin med en natriumholdig base, der tilvejebringer fra 1,25 til 1,75 mol natrium pr. mol N-phosphonomethylglycin.
Saltet er en krystallinsk forbindelse, der kan anvendes som herbicid efter spiringen, og til forøgelse af sukkerrørs indhold af saccharose.

N-phosphonomethylglycin, som det følgende vil blive betegnet ved sit anerkendte generiske navn, glyphosat, har formelen:



Da det antages, at forbindelsen eksisterer som zwitterion i fast tilstand, kunne den også repræsenteres som



10 Glyphosat og dettes anvendelse som herbicid er beskrevet i US-patentskrift nr. 3 799 758, mens anvendelsen som plantevækstregulerende middel, herunder behandlingen af sukkerrør, er beskrevet i US-patentskrift nr. 3 853 530. Hvert af patentskrifterne beskriver blandt andet alkali-
15 metalsaltene af glyphosat, og mono-, di- og trinatrium-salte er specifikt nævnt.

Det har nu vist sig, at sesquinatriumsaltet af glyphosat er en ny og enestående forbindelse, der udviser de agrikulturelle anvendelsesegenskaber, der er angivet i det foregående. Hertil kommer, at det har vist sig, at na-
20 triumsesquiglyphosat udviser andre tydelige og ønskværdige egenskaber, der ikke fremgår af kendt teknik, og disse egenskaber foreligger heller ikke i de kendte natriumsalte.

25 Opfindelsen angår et natriumsalt af N-phosphonomethylglycin, som er ejendommeligt ved det i den kendetegnende del af krav 1 angivne.

Opfindelsen angår endvidere en i agrikulturmæssig henseende nyttig blanding af den i indledningen til krav 2 angivne art, og denne blanding er ejendommelig ved det i krav 2's kendetegnende del anførte.

- 5 Opfindelsen omfatter tillige en fremgangsmåde til bekæmpelse af vegetation, af den i indledningen til krav 5 angivne art, og denne fremgangsmåde er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 5 angivne.

- 10 Opfindelsen omfatter endelig en fremgangsmåde til forøgelse af saccharoseindholdet af sukkerrør, af den i indledningen til krav 6 angivne art, og denne fremgangsmåde er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 6 angivne.

- 15 Sesquinatriciumsaltet af glyphosat kan fremstilles ved den partielle neutralisation af syren med en passende base. Saltet har et 1,5:1 molforhold mellem natriumkation og glyphosatanion. Anvendelige baser til neutralisation omfatter natriumcarbonat, natriumbicarbonat, natriumhydroxid, natriumsulfit, natriumbisulfit, natriumsulfid, 20 natriumformiat, natriumacetat, natriumsilicat og lignende. Det er klart, at donor-kilden for natriumkationen kan vælges blandt et bredt sortiment af baser af både organiske og uorganiske syrer. Man foretrækker især anvendelsen af natriumhydroxid, fordi det let kan rekvireres, og også fordi det ønskede sesquisaltprodukt med 25 dette let kan udvindes efter neutralisation.

- Som angivet i spalte 13, linie 5 - 8 i US-patentskrift nr. 3 799 758 er alkalimetalsaltene af glyphosat i høj grad vandopløselige. Dette er en ønskværdig egenskab 30 ved de i agrikulturel henseende anvendelige aktive bestanddele, fordi sådanne bestanddele ofte fremstilles og markedsføres i flydende formuleringer, og det mest økonomiske og hensigtsmæssige fortyndingsmiddel er vand.

En sådan høj vandopløselighed er typisk for de mono-, di- og trinatriumsalte, der er anført i forbindelse med kendt teknik.

I mange andre tilfælde fremstilles og markedsføres i
5 agrikulturmæssig henseende anvendelige aktive bestand-
dele i form af faste formuleringer. Dette muliggør på
den ene side påføring af formuleringen som et pulver el-
ler pudder, eller på den anden side kan den ønskede
mængde af et flydende fortyndingsmiddel tilsættes til en
10 fast koncentratformulering ved påføringspositionen før
anvendelsen. En betydningsfuld fordel ved sådanne tørre
formuleringer er reduktionen af beholderstørrelse og
transportvægt.

På grund af den høje vandopløselighed af mono-, di- og
15 trinatriumsaltene af glyphosat er det ikke let at opnå
dem i tør, krystallinsk form. Man kan opnå et glasag-
tigt, ikke-krystallinsk, fast stof ved vakuumtørring af
en koncentreret vandig saltopløsning, men sådanne tør-
stoffer er yderst hygroskopiske og danner hurtigt en våd
20 kage, når de udsættes for luft. Man kan anvende lavtem-
peraturkrystallisation ved ca. 0°C eller derunder til
frembringelse af disse salte i krystallinsk form. Imid-
lertid kræver denne proces, som illustreret i det føl-
gende, i det mindste adskillige dage, og man må derfor
25 gå ud fra, at den er uøkonomisk langsom.

Det har nu vist sig, at dette problem ikke foreligger
med natriumsesquiglyphosat, der let krystalliserer fra
koncentrerede vandige opløsninger, selv om det også er
vandopløseligt. For eksempel neutraliseredes 33,86 g
30 99,6% glyphosat ved 25°C med 12,3 g 98% natriumhydroxid
i 21,5 g vand. Der fremkom en yderst viskøs opslæmning
af krystaller, som blev udspreddt på en glasplade til
tørring. Det krystallinske produkt af sesquisalt tabte
derpå vand ved ovntørring, hvilket viser tilstedeværel-

sen af krystalvand, og det blev bestemt, at produktet før tørring forelå i tetrahydratform. Det hydratiserede produkt dekomponerede ved ca. 235°C , mens det vandfri produkt har et smeltepunkt på 300°C .

- 5 Et antal yderligere neutralisationer blev gennemført under anvendelse af mere eller mindre end 1,5 mol af natriumkationen pr. mol glyphosat-anion. I nogle af disse forsøg var glyphosatet 99,6% rent, mens man i andre forsøg anvendte et 95,3% glyphosat. I hvert forsøg blev
- 10 det krystallinske produkt opsamlet og tørret til konstant vægt ved 70°C . Det blev derpå titreret med standardiseret natriumhydroxid for at bestemme sammensætningen af saltproduktet (sesqui + mono eller sesqui + di, i afhængighed af om reaktantforholdet var mere eller mindre
- 15 end det støkiometriske forhold 1,5:1).

- Alle forsøgene blev gennemført under anvendelse af 0,1 mol glyphosat, og natriumhydroxidet blev anvendt som en ca. 30% opløsning i forsøg 1-10 (7,92 mæk./g) eller som ca. en 45% opløsning i forsøg 11-14 (10,87 mæk./g). Den
- 20 totale vægt af alle reaktanter i vand blev holdt konstant på 39,2 g. Udbytterne blev beregnet for det produkt, der udkrystalliserede af en reaktionsblanding med 60% koncentration og var ovntørret ved 70°C . Resultaterne af disse forsøg er sammenstillet i det følgende.

NATRUMSESQUIGLYPHOSAT-PRÆPARATIONER

Forsøg	Molforhold Glyphosat	NaOH	Renhedsgrad af glyphosat, %	Udbytte, %	Sammensætning, %		
					Mono	Sesqui	Di
1	2,00	2,90	99,6	42,4	0,4	99,6	0
2	2,00	2,95	99,6	57,3	0,2	99,8	0
3	2,00	3,00	99,6	47,7	0	100,0	0
4	2,00	3,05	99,6	51,1	0	99,8	0,2
5	2,00	3,10	99,6	50,8	0	98,7	1,3
6	2,00	2,85	95,3	53,1	0,3	99,7	0
7	2,00	2,90	95,3	65,8	0,5	99,5	0
8	2,00	2,95	95,3	57,9	0,3	99,7	0
9	2,00	3,00	95,3	68,8	0,3	99,7	0
10	2,00	3,05	95,3	54,0	0,1	99,9	0
11	2,00	2,50	99,6	19,2	3,25	96,75	0
12	2,00	2,75	99,6	37,2	0,5	99,5	0
13	2,00	3,25	99,6	45,3	0	94,55	5,45
14	2,00	3,50	99,6	21,7	0	27,4	72,6

Af disse data fremgår det, at man opnår betydelige procentdele natriumsesquiglyphosat under anvendelse af fra ca. 1,25 til ca. 1,75 mol natrium-kation pr. mol glyphosat. Som man ville forvente, frembyder de blandinger med mono- eller dinatriumsalte, der fremkommer ved de ydre grænser af dette interval, nogle vanskeligheder hvad angår separation, og det foretrækkes at anvende et interval på ca. 1,45 til 1,55 mol natrium-kation pr. mol glyphosat. Dette mere begrænsede interval tjener til at maximere udbyttet af sesquisaltet og at simplificere udvindingen af produktet.

De følgende eksempler skal illustrere fremstilling af natriumsesquiglyphosat ved syreneutralisation, hvorved natrium-kationen indføres via mange forskellige kilder.

15

EKSEMPEL 1

En 16,93 gram portion (0,1 mol) 99,6% glyphosat blev langsomt og under afkøling tilsat til en opløsning af 7,95 gram (0,075 mol) vandfrit natriumcarbonat i 18,73 gram vand. Tilførselshastigheden blev dikteret af voldsomheden af udviklingen af carbondioxid. Efter fuldstændig tilsætning blev reaktionsblandingen opvarmet til 70°C for at uddrive det tilbageværende carbondioxid. Reaktionsblandingen blev derpå afkølet først til stuetemperatur og derpå i et isbad for at opnå maximal krystallisation. Krystallisationsmassen blev brudt op, og den blev derpå isoleret ved filtrering og lufttørring til dannelse af 9,99 g produkt. Dette produkt blev yderligere tørret natten over ved 70°C, hvorved der fremkom et vægttab på 1,34 g. Dette tab repræsenterer 98% af det teoretiske for tetrahydrat, hvorved den lille mængde resterende bundet vand er blevet fjernet ved lufttørringen. Titrering af det vandfrie produkt med standardiseret natriumhydroxid viste 99,63% natriumses-

quiglyphosat og 0,37% mononatriumsalt.

EKSEMPEL 2

En 16,93 gram portion (0,1 mol) af 99,6% glyphosat blev
tilsat til en opløsning af 9,5 gram (0,075 mol) vandfrit
5 natriumsulfit i 17,58 gram vand. Reaktionsblandingen
blev opvarmet til kogning for at afdrive det meste af
svovldioxidet. Fjernelsen af svovldioxid blev fuldført
ved at afdampe to 100 ml portioner af destilleret vand
fra reaktionsblandingen til en i det væsentlige tør re-
10 manens. Denne sidste blev tørret natten over ved 70°C
til dannelse af 20,65 gram krystallinsk produkt. Titre-
ring med standardiseret natriumhydroxid viste 99,51%
natriumsesquiglyphosat og 0,49% af mononatriumsaltet.

EKSEMPEL 3

15 En 16,93 gram portion (0,1 mol) 99,6% glyphosat blev
tilsat til en opløsning af 18,0 gram (0,075 mol) natri-
umsulfidnonahydrat i 50 gram vand. Tilsætningen blev
gennemført langsomt for at moderere skumning hidrørende
fra hurtig udvikling af hydrogensulfid. Efter at til-
20 sætningen er fuldstændig, blev reaktionsblandingen over-
ført til en fordampningsskål, og to 100 ml tilsætninger
af destilleret vand blev fjernet på dampbad. Det næsten
tørre produkt blev derpå knust med en spatel og lufttørret
i et fugtighedskammer med konstant temperatur/fugtighed
25 (23°C/50% relativ fugtighed) til dannelse af 23,68 gram
produkt i hydratiseret form. Ved tørring natten over af
produktet ved 70°C fremkom der 20,15 gram produkt, og
vægttabet er ækvivalent med 97,9% af den teoretiske værdi
for tetrahydratet. Titrering med standardiseret natrium-
30 hydroxid viste 99,74% natriumsesquiglyphosat og 0,26%
af mononatriumsaltet.

EKSEMPEL 4

En 16,93 gram portion (0,1 mol) af 99,6% glyphosat blev
tilsat til en opløsning af vandfrit natriumacetat (0,15
mol) i 19,08 gram vand. Reaktionsblandingen blev opvar-
5 met til kogepunktet, og en stærk lugt af eddikesyre kun-
ne iagttages. Denne blanding blev derpå overført til
en fordampningsskål, og tre gange 100 ml tilsætninger
af destilleret vand blev fjernet på dampbad med yderli-
gere fjernelse af eddikesyre. Man fortsatte fjernelsen
10 af vand til dannelse af en næsten tør remanens, der blev
brudt op og tørret natten over for at fjerne hydratisa-
tionsvand, hvilket gav 20,55 g vandfrit produkt. Titrering
med standardiseret natriumhydroxid viste 99,35 % natrium-
sesquiglyphosat og 0,65 % af mononatriumsaltet.

15

EKSEMPEL 5

En 16,93 gram portion (0,1 mol) af 99,6% glyphosat blev
langsomt tilsat til en opløsning af 24,0 gram natrium-
silicat (0,15 mol ækvivalenter af natriumkation) i 150
ml vand. Den partielt gelerede opløsning blev opvarmet
20 i en fordampningsskål på dampbad for at fjerne vand,
hvilket gav en granulatformet remanens på 30,52 gram.
Denne remanens blev ekstraheret tre gange med 200 ml
varmt vand. Vandekstrakterne blev fordampet næsten til
tørhed på et dampbad, og derpå blev de opvarmet natten
25 over ved 70°C til dannelse af 20,86 gram vandfrit pro-
dukt. Titrering med standardiseret natriumhydroxid vi-
ste 99,88% natriumsesquiglyphosat og 0,12% af mononatri-
umsaltet.

For at vise, at natriumsesquiglyphosatet ifølge opfin-
30 delsen i fysisk henseende er tydeligt defineret og ad-
skiller sig fra mononatriumsaltene og dinatriumsaltene,
fremstillede man krystaller af hvert salt og udsatte dem

for et røntgenstrålekrystallografisk studium. Krystallerne af sesquisaltet fremkom sædvanligvis som fine nåle eller prismen, og man ønskede større krystaller. Ved et forsøg for at opnå dette lod man en opløsning af sesquisaltet fordampe langsomt i en petri-skål, der var dækket med filtrerpapir.

Der opnåedes en masse af fine krystaller med få større krystaller stikkende ud af massen. Ved et andet forsøg lod man en opløsning af sesquisaltet, der ikke var helt mættet, henstå i en beholder, der var dækket med filtrerpapir. Opløsningen tabte langsomt vand efter adskillige dages forløb, og der dannedes nogle større krystaller. Disse større krystaller blev sammen med krystallerne i petri-skålen udsat for røntgenstrålestudiet.

For at fremstille monosaltskrystaller holdt man en opløsning af 4,10 gram 98% natriumhydroxid i 10,9 gram vand ved 25-30°C under køling i isbad, mens man langsomt tilsatte 16,93 gram 99,6% glyphosat. Fra den resulterende 50% saltoppløsning udfældede 10,3 gram (lufttørrede) kubiske krystaller efter adskillige dage i en fryser ved -7°C. Man noterede ikke noget vægttab efter 4 timer ved 70°C. Krystallerne var relativt store (3 mm eller derover) og dekomponerede ved 185°C i et forseglede rør, når de blev indført i et varmt bad. Disse krystaller blev udsat for et røntgenstrålestudium.

For at fremstille disaltskrystaller tilsatte man langsomt til en opløsning af 8,20 gram 98% natriumhydroxid i 14,4 gram vand 16,93 gram 99,6% glyphosat. Den resulterende 60% saltoppløsning blev indført i en fryser ved -7°C og holdt efter adskillige timer. Det krystallinske materiale, der blev anvendt som podemateriale, fremkom ved lang tids henstand af nogle få dråber dinatriumsaltoppløsning, som tidligere var fremstillet. Efter en uges podning blev opløsningen en fast masse af krystaller. En 3,5 g portion

af denne masse blev bragt i opslæmning med 1,5 g vand og filtreret, hvorefter krystallerne blev vasket med isvand. Krystallerne blev derpå indført i en 70°C varm ovn, hvorpå de omdannedes til en tørret, sammensmeltet masse. Den resterende del af den første krystallinske masse blev bragt i opslæmning med 15,5 g vand, filtreret og vasket med isvand. De resulterende krystaller blev tørret på en Büchner-tragt til dannelse af glaslignende prizmer med smeltepunkt 43-45°C. Disse krystaller blev lufttørret natten over og fik et kridtagtigt udseende. Præparationerne blev derpå gentaget, og de med isvand vaskede krystaller blev i våd tilstand anbragt i flasker og udsat for et røntgenstrålestudium.

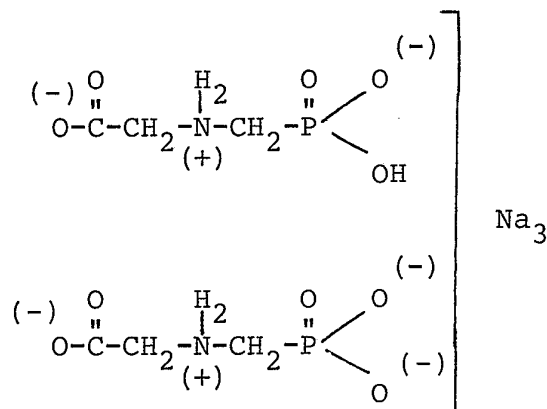
De krystallinske data, som fremkommer under studiet, er sammenstillet i den nedenstående tabel, hvorved tallene i parentes er den evaluerede standardafvigelse for de mindst betydende tal.

	1,0 Na	2,0 Na	1,5 Na
a, Å	7,126 (1)	6,732 (1)	11,09 (1)
b, Å	11,216 (2)	7,185 (1)	5,483 (1)
c, Å	9,680 (1)	17,808 (3)	15,031 (4)
α, grader	90,00	90,00	90,00
β, grader	98,57 (1)	94,06 (1)	97,87 (2)
γ, grader	90,00	90,00	90,00
V, Å ³	765,0 (2)	813,2 (2)	905,5 (3)
Z	4	2	4
Rumgruppe	P2 ₁ /c	P2 ₁	P2/N

Det blev bestemt, at enhedscellen for monosaltet indeholder 4 glyphosatanioner, 4 natriumkationer og 4 vandmolekyler, idet monosaltet foreligger i monohydratform. Enhedscellen for disaltet indeholder 2 glyphosatanioner, 4 natriumkationer og 18 vandmolekyler, idet di-saltet foreligger i nonahydratformen. Enhedscellen for sesquisaltet indeholder 4 glyphosatanioner, 6 natriumkationer og 8

vandmolekyler, idet sesqui-saltet foreligger i tetrahy-
dratformen.

Resultaterne af den røntgenstrålekrystallografiske struk-
turbestemmelse viser klart, at sesqui-saltforbindelsen er
5 en enhed og ikke en fysisk blanding af mononatrium- og
dinatriumsaltene. Idet man antager den ovenfor angivne
zwitterion-struktur for glyphosat, svarer mononatrium-
saltet til tabet af carboxylat-hydrogenatomet, mens di-
natriumsaltet svarer til det yderligere tab af det hy-
10 drogen, der er bundet til phosphatets oxygenatom. Ses-
qui-saltet svarer til et par af glyphosat-anioner (med
3 natriumkationer), idet carboxylat-hydrogenet er tabt
fra hvert glyphosatmolekyle, og idet phosphathydrogenet
er tabt fra det ene glyphosatmolekyle. En grafisk repræsen-
15 tation af et molekyle af sesqui-saltet kan se ud som
følgende:



EKSEMPEL A

Ved bestemmelse af de regulerende effekter af sesqui-
saltet ifølge opfindelsen på sukkerrør må det iagtta-
20 ges, at den passende påføringsintensitet varierer fra
ca. 0,112 til ca. 5,6 kg/ha. I afhængighed af de lokale
kultiveringsmetoder på de forskellige områder verden

over fremdrives sukkerør fra ca. 9 til ca. 30 måneder før høst, og det er således nødvendigt at tage både den kronologiske alder og modenhedstrinnet af røret i betragtning, hvad angår relativ værdi. Behandlingen gennemføres sædvanligvis i et tidsrum af mellem 2 og 12 uger før den beregnede høstdato. Fortrinsvis gennemføres en sådan behandling mellem 3 og 10 uger før denne dato.

Ved denne prøve bliver individuelle stængler af sukkerør behandlet med forbindelsen ifølge opfindelsen ca. 4-5 uger før høst. For at undgå prøvefejl anvender man i dette tilfælde ældre sukkerør, fortrinsvis 13-23 måneder gamle. Man gjorde brug af mindst 5 stængler, de blev behandlet, og på basis af de totale opnåede værdier beregnedes et gennemsnit for hver stængel. Et dermed identisk antal af ubehandlede sukkerrørsstængler med samme alder undersøgtes på lignende måde til tilvejebringelse af en blindprøve. En sammenligning af de opnåede værdier for de behandlede sukkerør med blindprøverne tilvejebringer et hensigtsmæssigt middel til at bestemme den regulerende virkning af forbindelsen.

Analyserne gennemføres ved den pressemetode, der er udviklet af T. Tanimoto og rapporteret i Hawaiian Planters' Record, bind 57, side 133-150 (1964). De pågældende data udtrykkes som saftrenhed og pol procent rørsukker. Pol procent rørsukker er en polarimetrisk bestemmelse og er lig med procentdelen af saccharose, hvis denne er det eneste stof i opløsning, som vil dreje planet af polariseret lys. En bestemmelse af pol procent rørsukker betragtes af sagkyndige som et effektivt middel til at bestemme saccharoseindholdet i sukkerrørsaft.

For at konvertere en ændring af pol procent rørsukker til en tilsvarende ændring af mængden af fremkommet sukker er det først nødvendigt at kende det gennemsnitlige

normale udbytte af sukker i det område, der undersøges. Her gennemfører man prøverne i et område, hvor der høstes ca. 225 - 245 metriske tons sukkerrør pr. ha, og der fremkommer ca. 22,5 metriske tons sukker på basis af denne mængde sukkerrør. Med dette gennemsnitlige udbytte af 22,5 metriske tons pr. ha svarer en forøgelse af netop 0,1 pol procent sukkerrør til en forøgelse på ca. 225 kg sukker pr. ha.

Cirka 38 mg af sesqui-saltet (på en syre-ækvivalentbasis) opløses i ca. 0,3 ml vand. Til denne opløsning tilsætter man en lille mængde (ca. 0,1% af det sluttede volumen) af et kommercielt non-ionisk overfladeaktivt middel (nonylphenol ethoxyleret til at indeholde ca. 9,5 mol ethylenoxid pr. mol nonylphenol). En sådan opløsning påføres derpå på kransen af hver af de stængler, der skal undersøges, med undtagelse af blindprøvestænglerne. Ved påføringstidspunktet bliver internodium nr. 13 på hver stængel markeret som referencepunkt. På et tidspunkt, der ligger 4 eller 5 uger efter behandling (WAT), høstes planterne, og man fjerner den del, der ligger fra referencepunktet til skuddets apex på hver stængel af en behandlet eller ubehandlet gruppe, hvorpå de kombineres og analyseres som beskrevet. De opnåede resultater er som følger:

	4 WAT		5 WAT	
	Saft- renhed	Pol % sukkerør	Saft- renhed	Pol % sukkerør
Behandlet	76,97	9,25	78,23	9,54
Ubehandlet	65,78	5,73	65,88	6,79

I det samme geografiske areal gennemførte man også prø-

ver på små marker med sukkerrør, idet påføringerne blev gennemført med manuelle sprøjter. Formuleringerne indeholder ca. 74,5 vægt-% af sesqui-saltet ifølge opfindelsen, 2 vægt-% af et kommercielt anionisk overfladeaktivt middel (et kompleks af benzoesyre og natriumdioc-
5 tyl-sulfosuccinat), 9,5 vægt-% af et dodecanthiol/urin-
stof-komplex og 14 vægt-% urinstof. De sidste to bestanddele tjener til at inhibere korrosion af metalliske beholdere og sprøjteudstyr. Formuleringen fortyndes
10 med vand med henblik på sprøjtning, og den påføres på sukkerrøret med enhver af de pågældende påføringsintensiteter (på syreækvivalentbasis), der er anført i det følgende. Vandvoluminet er ca. 185 liter/ha, og dele
af de behandlede og ubehandlede arealer høstes med for-
15 skellige tidsintervaller, og de høstede sukkerrør behandles som beskrevet i eksempel A. De opnåede resultater er som følger:

15

<u>WAT</u>	<u>Ubehandlet</u>		<u>Behandlet</u>	
	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>
6	75,33	9,50	80,96	11,54
7	75,16	8,11	83,96	12,68
8	78,39	9,06	85,57	12,86
9	75,58	8,41	87,52	13,67
10	70,60	7,05	86,03	13,50
12	68,06	6,68	85,01	12,18

Påførringsintensitet: 0,84 kg/hektar

10

<u>WAT</u>	<u>Ubehandlet</u>		<u>Behandlet</u>	
	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>
4	70,55	7,55	80,69	10,57
5	74,93	8,37	86,46	12,32
6	75,33	9,50	89,09	14,17
7	75,16	8,11	89,20	14,89
8	78,39	9,06	89,24	14,31
9	75,58	8,41	90,22	15,50
10	70,60	7,05	89,16	15,13
12	68,06	6,68	84,41	11,83

15

20

Påførringsintensitet: 1,12 kg/hektar

	<u>WAT</u>	<u>Ubehandlet</u>		<u>Behandlet</u>	
		<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>
5	4	70,55	7,55	84,84	11,83
	5	74,93	8,37	86,31	13,10
	6	75,33	9,50	88,19	14,14
	7	75,16	8,11	88,99	14,72
	8	78,39	9,06	88,60	14,53
10	9	75,58	8,41	91,66	16,39
	10	70,60	7,05	89,84	14,81
	12	68,06	6,68	88,86	14,42

Påføringsintensitet: 2,24 kg/hektar

	<u>WAT</u>	<u>Ubehandlet</u>		<u>Behandlet</u>	
		<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>
15	4	70,55	7,55	85,39	11,83
	5	74,93	8,37	82,95	10,95
	6	75,33	9,50	83,49	11,71
	7	75,16	8,11	91,11	15,13
	8	78,39	9,06	87,97	15,14
20	9	75,58	8,41	90,82	15,76
	10	70,60	7,05	87,98	13,33
	12	68,06	6,68	89,15	16,15

Påføringsintensitet: 4,48 kg/hektar

	<u>WAT</u>	<u>Ubehandlet</u>		<u>Behandlet</u>	
		<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerrør</u>
25	4	70,55	7,55	76,71	8,62
	5	74,93	8,37	81,88	10,15
	6	75,33	9,50	82,11	10,53
	7	75,16	8,11	80,88	10,23
	8	78,39	9,06	78,08	9,19
30	9	75,58	8,41	77,82	8,74
	10	70,60	7,05	76,38	8,36
	12	68,06	6,68	79,46	9,84

Påføringsintensitet: 4,48 kg/hektar.

EKSEMPEL C

I et andet geografisk areal behandler man små marker med sukkerrør, der er blevet fremdrevet i ca. 14 måneder, med i det væsentlige de samme formuleringer af sesqui-

5 saltet som anvendt i eksempel B. Voluminet af fortyndingsvand er ca. 300 liter/ha, og påføringen foregår ved hjælp af en med CO₂ drevet applikator. Tyve stængler af sukkerrør tages som prøve ved hver høstdato, og hver

10 stængel bliver tærsket og aftoppet ved tilknytningspunktet for den bladskede, der svarer til 5' og 6' blad. Ved resultaterne fra denne prøve, der er sammenstillet i det følgende, betyder ERS den bedømte mængde af udvindeligt sukker (estimated recoverable sugar) udtrykt i ton pr. ha.

15		<u>2 WAT</u>		<u>5 WAT</u>		<u>8 WAT</u>		<u>12 WAT</u>	
		<u>JP</u>	<u>ERS</u>	<u>JP</u>	<u>ERS</u>	<u>JP</u>	<u>ERS</u>	<u>JP</u>	<u>ERS</u>
	Ubehandlet	80,8	8,78	80,4	10,14	83,7	13,21	87,3	15,55
	0,22 (kg/ha)	82,7	10,18	80,8	11,69	85,5	15,20	88,3	16,78
20	0,45 (kg/ha)	82,1	10,32	81,2	12,17	87,0	16,25	88,4	17,09
	0,67 (kg/ha)	80,8	9,60	81,4	11,69	88,2	16,30	89,4	17,76
25	1,12 (kg/ha)	81,9	9,83	80,4	11,63	87,4	15,34	88,3	15,94

JP = saftrenhed

EKSEMPEL D

På et tredje geografisk areal i verden behandler man små marker af sukkerrør, der er blevet fremdrevet i ca. 8

30 måneder, med i det væsentlige den samme formulering af sesqui-saltet som anvendt i eksempel B. Applikationen foretages ved hjælp af en manuel sprøjte, og voluminet af fortyndingsvand er ca. 385-390 liter/ha. Prøverne ved hver høstdato består af ti stængler, og man opnår

35 følgende data:

	<u>2 WAT</u>		<u>4 WAT</u>		<u>6 WAT</u>		<u>8 WAT</u>	
	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerør</u>	<u>Saft- renhed</u>	<u>Pol % sukkerør</u>
Ubehandlet	75,95	7,34	73,63	6,98	75,65	8,09	81,61	9,33
0,28 (kg/ha)	75,59	7,08	74,25	6,85	76,38	8,27	83,02	9,78
0,56 (kg/ha)	78,05	8,05	76,58	7,66	78,62	8,71	83,24	9,91
0,84 (kg/ha)	75,50	7,58	76,29	7,59	78,24	8,58	83,16	10,01
1,12 (kg/ha)	72,72	7,02	76,86	7,47	79,72	9,26	81,94	9,63

EKSEMPEL E

Den herbicide aktivitet af natriumsesquiglyphosat ifølge opfindelsen efter spiringen påvises på følgende måde:
 Den aktive bestanddel påføres i sprøjteform på 14-21
 5 dage gamle eksemplarer af forskellige plantearter.
 Sprøjtevæsken, der er en opløsning i vand eller organisk opløsningsmiddel og vand og indeholdende aktiv bestanddel og et overfladeaktivt middel (35 dele butylaminsalt af dodecylbenzensulfonsyre og 65 dele tallolie kondense-
 10 ret med ethylenoxid i forholdet 11 mol ethylenoxid til 1 mol tallolie) påføres på planterne i forskellige sæt af skåle med adskillige påføringsintensiteter af aktiv bestanddel (målt i kg/ha). De behandlede planter anbringes i et drivhus, og virkningerne observeres og registre-
 15 res efter ca. 2 uger eller ca. 4 uger. De fremkomne data er angivet i det følgende, og de behandlede plantearter er repræsenteret ved en kodebogstavsbetegnelse som følger:

	A - Agertidsel	K - Hanespore
20	B - Cocklebur	L - Sojabønne
	C - Fløjlsblad	M - Sukkerroe
	D - Ipomoea	N - Hvede
	E - Hvidmelet gåsefod	O - Ris
	F - "Smartweed"	P - Sorghum
25	G - "Nutsedge"	Q - Vild boghvede
	H - Kvikgræs	R - Hamp Sesbania
	I - Durra	S - Panicum spp
	J - Taghejre	T - Fingeraks

Det anvendte herbicide aktivitetsindeks efter spiringen
 30 er som følger:

	<u>Planterreaktion</u>	<u>Indeks</u>
	0-24% beskadigelse	0
	25-49% beskadigelse	1
	50-74% beskadigelse	2
5	75-99% beskadigelse	3
	Alt dræbt	4

			<u>Planteart</u>										
	<u>WAT</u>	<u>kg/ha</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>G</u>	<u>H</u>	<u>I</u>	<u>J</u>	<u>K</u>
	2	11,2	2	2	4	3	4	4	3	3	3	3	4
10	4	11,2	4	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	2	5,6	2	2	2	2	4	4	2	3	2	2	3
	4	5,6	3	3	3	3	4	4	3	4	3	2	4

			<u>Planteart</u>															
	<u>WAT</u>	<u>kg/ha</u>	<u>L</u>	<u>M</u>	<u>N</u>	<u>O</u>	<u>P</u>	<u>B</u>	<u>Q</u>	<u>D</u>	<u>R</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	<u>C</u>	<u>J</u>	<u>S</u>	<u>K</u>	<u>T</u>
	2	5,6	3	3	3	4	3	-	3	2	3	4	3	2	3	3	3	3
15	4	5,6	3	4	4	4	4	-	3	2	4	4	4	2	4	4	4	4
	2	1,12	1	1	2	2	2	2	1	2	1	3	3	1	1	3	3	3
	4	1,12	1	3	2	4	2	2	2	2	1	4	3	1	1	4	4	3
	2	0,28	0	0	2	0	1	1	0	0	0	1	1	0	1	2	1	1
	4	0,28	0	3	1	0	1	1	1	1	1	2	2	0	1	3	2	2

- 20 Til herbicid anvendelse varierer den passende påførringsintensitet mellem ca. 0,28 kg/ha og ca. 22,5 kg/ha.

Det må forstås, at i agrikulturmæssig henseende anvendelige blandinger, som indeholder den aktive bestanddel ifølge opfindelsen, kan anvendes enten i fast eller flydende form. Sådanne blandinger fremstilles ved at blande

25 den aktive bestanddel med et adjuvans, såsom et fortyndingsmiddel, et strækkemiddel, en bærer eller et konditioneringsmiddel til tilvejebringelse af mulighed for påføring som et partikelformet, fast stof, en opløsning eller en

30 dispersion. Fra det synspunkt, der omfatter økonomi og

hensigtsmæssighed, foretrækker man flydende blandinger, der gør brug af vand som fortyndingsmiddel.

- De i agrikulturmæssig henseende anvendelige blandinger vil fortrinsvis indeholde mellem ca. 0,5 og ca. 20,0
- 5 vægt-% af et overfladeaktivt middel for at forbedre befugtning, dispergering, suspendering, absorption og lignende. Den kategori af overfladeaktive midler, der kan anvendes til sådanne formål, omfatter anioniske, kationiske, non-ionogene og amfotere typer.
- 10 Foretrukne befugtningsmidler er alkylbenzen- og alkyl-naphthalen-sulfonater, sulfaterede fedtalkoholer, aminer eller syreamider, langkædede syreestere af natriumisothionat, estere af natriumsulfosuccinat, sulfaterede eller sulfo-
- 15 neredede fedtsyreestere, petroleumsulfonater, sulfonerede vegetabiliske olier, polyoxyethylen-derivater af alkylphenoler (især isooctylphenol og nonylphenol) og polyoxyethylen-derivater af de mono-højere fedtsyreestere af hexitol-anhydrider (f.eks. sorbitan). Foretrukne disper-
- 20 geringsmidler er methylcellulose, polyvinylalkohol, natriumligninsulfonater, polymere alkyl-naphthalensulfonater, natriumnaphthalensulfonat, polymethylen-bisnaphthalensulfonat og natrium-N-methyl-N-(langkædet syre)taurater.

- De inerte bærere og strækkemidler er fortrinsvis af mine-
- 25 ralsk oprindelse, herunder naturlige lerarter, nogle pyrophyllitter og vermiculit. Typiske findelte tørstoffer, som kan anvendes i blandinger ifølge opfindelsen, kan eksemplificeres ved diatoméjord, valkejord, kaolinitter, attapul-
- 30 gitter eller montmorillonitter, bentonitter, syntetiske silica, calciumcarbonat og calciumsulfatdihydrat. Sådanne materialer kan foreligge i blandingerne i mængder, der ligger fra ca. 3 til ca. 95 vægtprocent.

I agrikulturmæssig henseende anvendelige blandinger af den aktive bestanddel ifølge opfindelsen kan også indeholde

små mængder, op til mindst 10 vægtprocent, af mange forskellige additiver for at forbedre specifikke træk. Blandt disse additiver skal anføres antisammenbagningsmidler eller strømningskontrollerende midler, antikorroderende midler, 5 skumdæpende midler og farvestoffer.

P a t e n t k r a v :

1. Natriumsalt af N-phosphonomethylglycin, k e n d e -
t e g n e t ved, at det molære forhold natriumkation
til syreanion i saltet er 1,5:1.
- 5 2. I agrikulturmæssig henseende nyttig blanding inde-
holdende en effektiv mængde af et natriumsalt af N-
phosphonomethylglycin og i det mindste ét adjuvans,
k e n d e t e g n e t ved, at det molære forhold na-
trium-kation til syreanion i saltet er 1,5:1.
- 10 3. Blanding ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t ved,
at adjuvanset omfatter fra ca. 0,5 til ca. 20,0 vægt-%
af et overfladeaktivt middel, i forhold til blandingens
totale vægt.
- 15 4. Blanding ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t ved,
at adjuvanset omfatter fra ca. 3 til ca. 95 vægt-% af
en indifferent bærer eller et strækkemiddel, i forhold
til blandingens totale vægt.
- 20 5. Fremgangsmåde til bekæmpelse af vegetation, som om-
fatter, at man bringer en plante i kontakt med en i her-
bucid henseende effektiv mængde af et natriumsalt af N-
phosphonomethylglycin, k e n d e t e g n e t ved, at
det molære forhold natrium-kation til syreanion i sal-
tet er 1,5:1, og at den anvendte mængde ligger mellem
ca. 0,28 og ca. 22,5 kg/ha.
- 25 6. Fremgangsmåde til forøgelse af saccharoseindholdet
af sukkerrør, ved hvilken man til sukkerrøret tilfører
en effektiv mængde af et natriumsalt af N-phosphono-
methylglycin, k e n d e t e g n e t ved, at det molære
forhold natrium-kation til syreanion i saltet er 1,5:1,
30 og at den anvendte mængde er fra ca. 0,112 til ca. 5,6
kg/ha.

7. Fremgangsmåde ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t
ved, at man tilfører saltet til sukkerrøret i et tids-
rum mellem ca. 2 uger og ca. 12 uger før høst.

5 8. Fremgangsmåde ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t
ved, at saltet tilføres til sukkerrøret i et tidsrum
mellem ca. 3 og ca. 10 uger før høst.