



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 256 822 A5

4(51) A 01 N 33/18
A 01 N 33/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	AP A 01 N / 303 108 1	(22)	25.05.87	(44)	25.05.88
(31)	06/867,106	(32)	23.05.86	(33)	US

(71) siehe (73)
 (72) Morgan, Leonhard J.; Bell, Mark, GB
 (73) American Cyanamid Company, 1937 West Main Street, P. O. Box 60, Stamford, Conn. 06904, US
 (74) Patentanwaltsbüro Berlin, Frankfurter Allee 286, Berlin 1130, DD

(54) Wäßrige Suspensionskonzentratzusammensetzung und Methode für deren Herstellung

(55) wäßrige Suspensionszusammensetzung, Pestizid, Pendimethalin, Methode, Herstellung, Orangekristall, Gelbkristall

(57) Die Erfindung betrifft neue stabile wäßrige Suspensionskonzentratzusammensetzungen des niedrigschmelzenden Pestizids Pendimethalin allein oder in Kombination mit sekundären Pestiziden, die wasserlöslich sind oder Schmelztemperaturen über 70 °C haben. Die Erfindung betrifft auch Methoden für die Herstellung dieser Zusammensetzungen. Pendimethalin kann einzigartig in den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen in einem Verhältnis der Orangekristallform zur Gelbkristallform von 4:96 bis vollständig in der Orangekristallform vorhanden sein.

Patentansprüche:

1. Wäßrige Suspensionskonzentratzusammensetzung, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie ca. 5,0% bis 50,0% Pendimethalin mit einem Verhältnis von Orangekristallform zu Gelbkristallform von 4:96 bis 100% Orangekristallform; ca. 0% bis 50,0% ein oder mehrere sekundäre Pestizide; ca. 3,0% bis 30,0% Zusatzstoffe und ca. 20,0% bis 92,0% Wasser auf das Basis von Masse in Volumenkonzentration enthält.
2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das bzw. die sekundären Pestizide wasserlöslich sind oder eine Schmelztemperatur über 70°C haben.
3. Zusammensetzung nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Zusatzstoffe oberflächenaktive Stoffe, Dispersionsmittel oder Benetzungsmittel, Suspendiermittel, Frostschutzmittel, Antischaummittel, Verdickungsmittel und Konservierungsmittel sind.
4. Zusammensetzung nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die oberflächenaktiven Stoffe, Dispersionsmittel oder Benetzungsmittel Ethylenoxid-/Propylenoxidkondensate, Alkyl-, Aryl- und Aryl-, Arylethoxyolate, Lignosulfonate, Cresol-Formaldehydkondensate und Sulfonate davon, Naphthalen-Formaldehydkondensate und Sulfonate davon, Polycarboxylate und Derivate sowie Gemische daraus sind.
5. Zusammensetzung nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Suspendiermittel Polysaccharidgummis oder Zellulosederivate sind.
6. Zusammensetzung nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Polysaccharidgummis Xanthangummi, Guargummi, Gummiarabikum und Gemisch daraus sind.
7. Zusammensetzung nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Frostschutzmittel Ethylenglycol, Propylenglycol, Glycerin, Harnstoff und Gemische daraus sind.
8. Zusammensetzung nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Verdickungsmittel Tonerden, gefällte Silikas, Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidon, Polyacrylamide und Gemische daraus sind.
9. Zusammensetzung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Konservierungsmittel eine 38%ige Formaldehydlösung, Methyl- oder Propylparahydroxybenzoat, 2-Brom-2-nitropropan-1,3-diol, Natriumbenzoat, Glutaraldehyd, 0-Phenylphenol, Benzisothiazolinone, 5-Chlor-2-methyl-4-isothiazolin-3-on, Pentachlorphenol, 2-4-Dichlorbenzylalkohol oder Gemische daraus darstellt. Silikonantischäummittel sind in den Zusammensetzungen nützlich.
10. Zusammensetzung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Antischaummittel ein Silikonantischäummittel ist.
11. Zusammensetzung nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration ca. 5,0% bis 50,0% Pendimethalin mit 10 Ma.-% in der Orangekristallform; ca. 0% bis 50,0% ein oder mehrere sekundäre Pestizide mit einer Schmelztemperatur von über 70°C oder wasserlöslicher Art; Cresol-Formaldehydkondensate und Sulfonate davon, Naphthalen-Formaldehydkondensate und Sulfonate davon, Lignonsulfonate und Gemische daraus; ca. 0,05 bis 2,5% Xanthangummi, Guargummi, Gummiarabikum oder Zellulosederivate; ca. 2,0% bis 15,0% Ethylenglycol, Propylenglycol oder Harnstoff; ca. 0,05% bis 1,0% Antischaummittel; ca. 0,05% bis 2,0% Verdickungsmittel; ca. 0,05% bis 2,5% Konservierungsmittel und den Rest bis auf 100% Wasser enthält.
12. Zusammensetzung nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Pestizid mit der Schmelztemperatur über 70°C Isoproturon, [N,N-Dimethyl-N'-(4-(1-methylethyl)-phenyl)-harnstoff]; Linuron, [N-(3,4-Dichlorphenyl)-N'-methoxy-N'-methylharnstoff]; Metoxuron, [N'-(3-Chlor-4-methoxyphenyl)-N,N-dimethylharnstoff]; Chlortoluron, [N'-(3-Chlor-4-Methylphenyl)-N,N-dimethylharnstoff]; Atrazin, [2-Chlor-4-ethylamino-6-isopropylamino-1,3,5-triazin], Terbutylazin, 2-Tert-butylamino-4-chlor-6-ethylamino-1,3,5-triazin und Metolachlor, 2-Chlor-6'-ethyl-N-(2-methoxy-1-methylethyl)-acet-o-toluidid; ein Imidazolinonherbizid; 2-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-3-chinolincarbonsäure und wasserlösliche Salze davon; und das isomere Gemisch aus Methyl 6-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-m-toluat und Methyl 2-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)toluat ist.
13. Zusammensetzung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration ca. 20,0% bis 40,0% Pendimethalin; ca. 3,0% bis 5,0% Natriumcresol-Formaldehydkondensat oder Natriumcresol-Formaldehydkondensat in sulfonierter Form; ca. 5% bis 10% Ethylenglycol oder Harnstoff; ca. 0,1% bis 1,0% Silikonantischäummittel; ca. 0,1% bis 0,3% Xanthangummi; ca. 0,2% bis 1,0% eine 38%ige Formaldehydlösung und ca. 48,3% bis 79,4% Wasser enthält.

- 2 - 200 000
14. Zusammensetzung nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration 40,0% Pendimethalin; 5,0% Natriumcresol-Formaldehydkondensat in sulfonierter Form; 8,0% Ethylenglycol; 0,5% Silikonantischäummittel; 0,2% Xanthangummi; 0,5% eine 38%ige Formaldehydlösung und 51,4% Wasser enthält.
 15. Zusammensetzung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration 27,3% Pendimethalin; 18,2% Atrazin; 3,4% Natriumcresol-Formaldehydkondensat in sulfonierter Form; 5,8% Harnstoff; 1,34% Polyalkylenglycolether und Polyoxyethylenalkylarylether; 0,9% Silikonantischäummittel; 0,2% Xanthangummi; 0,5% eine 38%ige Formaldehydlösung und 48,9% Wasser enthält.
 16. Zusammensetzung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration 23,6% Pendimethalin; 23,6% Isoproturon; 3,0% Natriumcresol-Formaldehydkondensat in sulfonierter Form; 8,0% Harnstoff oder Ethylenglycol; 2,0% Ethylenoxid-Propylenoxidkopolymer; 2,0% Siliziumdioxid; 0,5% Silikonantischäummittel; 0,1% Xanthangummi; 0,25% eine 38%ige Formaldehydlösung und 43,6% Wasser enthält.
 17. Zusammensetzung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration 30,0% Pendimethalin; 5,0% wasserlösliches Ammoniumsalz von 2-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-3-chinolin-carbonsäure; 4,0% Natriumlignosulfonat; 8,0% Ethylenglycol; 0,5% Silikonantischäummittel; 0,75% Siliziumdioxid; 0,1% Xanthangummi; 0,25% eine 38%ige Formaldehydlösung und 58,1% Wasser enthält.
 18. Zusammensetzung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration 20,0% Pendimethalin; 30,0% Chlortoluron; 3,0% Natriumcresol-Formaldehydkondensat in sulfonierter Form; 8,0% Harnstoff oder Ethylenglycol; 2,0% Ethylenoxid-Propylenoxidkopolymer; 0,5% Silikonantischäummittel; 2,0% Siliziumdioxid; 0,05% Xanthangummi; 0,15% eine 38%ige Formaldehydlösung und 41,1% Wasser enthält.
 19. Zusammensetzung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration 26,0% Pendimethalin; 12,5% in isomeres Gemisch aus Methyl 6-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-*m*-toluat und Methyl 2-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-*p*-toluat; 3,0% Natriumcresol-Formaldehydkondensat; 1,3% Triethanolaminsalz von Polyarylarylethoxyatphosphat; 6,0% Alkylphenoethoxyat; 5,0% Ethylenglycol; 0,4% Silikonantischäummittel; 2,0% Siliziumdioxid; 0,1% Xanthangummi; 0,25% eine 38%ige Formaldehydlösung und 49,6% Wasser enthält.
 20. Methode für die Herstellung einer stabilen wäßrigen Suspensionskonzentratzusammensetzung von Pendimethalin, **dadurch gekennzeichnet**, daß auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration ca. 5,0% bis 50,0% Pendimethalin mit einem Verhältnis von Orangekristallformen zu Gelbkristallform von 4:96 bis zur vollständigen 100%igen Orangekristallform, ca. 0% bis 50% ein oder mehrere sekundäre Pestizide in einer wäßrigen Lösung, die (einen) oberflächenaktive(n) Stoff(e), Dispersionsmittel oder Benetzungsmittel und Antischäummittel enthält, gemischt werden; das entstandene Gemisch gemahlen wird, wobei die durchschnittliche Teilchengröße der suspendierten Teilchen kleiner als 20 Mikrometer ist; Verdickungsmittel, Suspendiermittel, Frostschutzmittel, Konservierungsmittel und zusätzliche oberflächenaktive Stoffe beigemischt werden; und die entstandene wäßrige Suspensionskonzentratzusammensetzung verpackt wird.
 21. Methode nach Anspruch 20, **dadurch gekennzeichnet**, daß das bzw. die sekundäre Pestizide wasserlöslich sind oder einen Schmelzpunkt über 70°C haben.
 22. Methode nach Anspruch 21, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Verhältnis von Orangekristallform zu Gelbkristallform 10:90 bis 100% Orangekristallform beträgt.
 23. Methode nach Anspruch 22, **dadurch gekennzeichnet**, daß die suspendierte Teilchengröße 2 Mikrometer bis 10 Mikrometer beträgt.
 24. Methode nach Anspruch 21, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Zusammensetzung auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration ca. 5,0% bis 50,0% Pendimethalin; ca. 0% bis 50,0% das zweite höherschmelzende oder wasserlösliche Pestizid; ca. 2,0% bis 20,0% die oberflächenaktiven Stoffe Cresol-Formaldehydkondensate und Sulfonate davon, Naphtalen-Formaldehydkondensate und Sulfonate davon, Lignosulfonate und Gemisch daraus; ca. 0,05% bis 2,5% das Suspendiermittel Xanthangummi, Guar gummi, Gummiarabikum oder Zellosederivate; ca. 2,0% bis 15,0% die Frostschutzmittel Ethylenglycol, Propylenglycol oder Harnstoff; ca. 0,05% bis 1,0% Antischäummittel; ca. 0,05% bis 2,0% Verdickungsmittel; ca. 0,05% bis 2,5% Konservierungsmittel und den Rest bis zu 100% Wasser enthält.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine wäßrige Suspensionskonzentratzusammensetzung von Pendimethalin und eine Methode für deren Herstellung.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Suspensionskonzentrat- oder wäßrige fließfähige Pestizidzusammensetzungen sind konzentrierte Suspensionen von wasserunlöslichen Pestiziden und Gemische von Pestiziden in wäßrigen Systemen.

Pendimethalin ist ein Dinitroanilin, das in polymorpher Form, sowohl in Orangekristallform als auch in Gelbkristallform, vorkommt. Die US-Patente 4.082.537 und 4.150.969 behandeln die einzigartigen Formulierungsprobleme von Pendimethalin und bieten Wege, die Bildung und/oder das Vorhandensein der größeren Orangekristallform zu verhindern (auf beide wird hierin bezug genommen). Es wird angenommen, daß das Vorhandensein von Pendimethalin in der orangenen Makrokristallform zu großen langgestreckten Kristallen in den Endformulierungen führt.

Zur Formulierung von stabilen Spritzpulverzusammensetzungen von Pendimethalin beschreiben diese beiden Patente die Anwendung von stabilisiertem Pendimethalin, stabilisiert durch den Zusatz entweder von Natriumdialkyl-(C₆-C₈)-sulfosukzinat oder von ethoxyliertem β -Diamin.

Bei diesem Verfahren wird Pendimethalin in der Gelbkristallform erhalten, die die Bildung von großen langgestreckten Kristallen im formulierten Produkt für die Herstellung von Spritzpulvern nicht begünstigt. Diese Patente beschreiben gleichwohl keine Wege zur Formulierung von Pendimethalin als eine stabile Suspensionskonzentratzusammensetzung oder wäßrige fließfähige Zusammensetzung mit Orangekristallformen, welche bevorzugt werden.

Diese wäßrigen Zusammensetzungen enthalten häufig ca. 10 bis 80 Ma.-% festes Pestizid oder ein Gemisch aus festen Pestiziden, und es wird eine Methode zur Handhabung dieser Pestizide zur Verfügung gestellt, die in einem wäßrigen Medium relativ wasserunlöslich sind. Da diese Arten von Zusammensetzungen die gewünschten Eigenschaften einer dicken Flüssigkeit haben, können sie gegossen oder gepumpt werden. Auf diese Weise werden einige Probleme wie Staubbildung, die bei festen Zusammensetzungen von Spritzpulvern und Granalien möglich ist, vermieden. Des Weiteren haben diese Konzentrate auf Wasserbasis den zusätzlichen Vorteil, daß sie nicht die Anwendung von organischen Lösungsmitteln erfordern, die oft in emulgierbaren Konzentraten vorhanden sind.

Aus diesen Gründen ist es wünschenswert, Pestizide zu Suspensionskonzentraten oder wäßrigen fließfähigen Zusammensetzungen zu formulieren. Allerdings haben solche Formulierungen ihre eigenen Probleme wie Gelieren, Zusammenbacken und Ausfällen als auch Probleme aufgrund der physikalischen und chemischen Eigenschaften des Pestizids oder des Gemischs aus Pestiziden. Pendimethalin ist eines dieser Pestizide, die etwas schwierig zu formulieren sind.

Oftmals, wenn Pendimethalin in der orangenen Makrokristallform in Zusammensetzungen gefunden wird, erscheinen sehr große, langgestreckte Kristalle (ca. 3000 Mikrometer lang) im Endprodukt, was zu Instabilität, Schwierigkeiten bei der Verarbeitung und Unzuverlässigkeit im Gebrauch führt. Das Formulieren von Zusammensetzungen, in denen sich diese langgestreckten Kristalle nicht entwickeln, ist somit entscheidend für die Stabilität und notwendig zur Erreichung einer gleichmäßigen Verteilung der wirksamen Verbindung für die Anwendung.

Die Probleme im Zusammenhang mit der Entwicklung von Suspensionskonzentratzusammensetzungen mit niedrigschmelzenden Wirkstoffen, allein oder in Kombination mit höherschmelzenden Werkstoffen, sind in der deutschen Patentanmeldung DE 3302648 A 1 beschrieben. In der deutschen Patentanmeldung DE 3302648 A 1 wird versucht, die Probleme einer wäßrigen gemischten Dispersion eines niedrigschmelzenden Wirkstoffs in einem Lösungsmittel auf Phthalsäure-C₁-C₁₂-Alkylestern in Kombination mit einem wäßrigen Suspensionskonzentrat, das einen oder mehrere Wirkstoffe enthält, als Alternative zu einem Suspensionskonzentrat mit niedrigschmelzenden Wirkstoffen wie Pendimethalin[N-(1-Ethyl-propyl)-2,6-dinitro-3,4-xylylidin] zu behandeln. Der Grund für das alternative Herangehen dieser Anmeldung ist das Unvermögen verschiedener Verfahren einschließlich der der Europäischen Patentanmeldung 033291.2, stabile Suspensionskonzentrate herzustellen. Diese EPO-Anmeldung beschreibt insektizide Suspensionskonzentratzusammensetzungen von Phosalon und Zusatzstoffen, die mit geschmolzenem Insektizid hergestellt werden können. In der o. g. Literatur werden keine Wege angesprochen, die für die Entwicklung von Pendimethalinzusammensetzungen hilfreich sind, die die Orangekristallform zur Erzeugung eines stabilen und gleichmäßig wirksamen Produkts nutzen.

Ziel der Erfindung

Es ist ein Ziel der Erfindung, stabile wäßrige Konzentratzusammensetzungen des niedrigschmelzenden Pestizids Pendimethalin in der Orangekristallform entweder allein oder in Kombination mit sekundärem(n) Pestizid(en) zur Verfügung zu stellen, um das Problem der Bildung von großen langgestreckten Kristallen des formulierten Pendimethalin zu vermeiden. Diese sekundären Pestizide sind oft wasserunlöslich oder haben Schmelzpunkte, die über 70°C liegen.

Es ist ein weiteres Ziel der Erfindung, solche stabilen wäßrigen Suspensionskonzentratzusammensetzungen von Pendimethalin mit einem Verhältnis von Orangekristall zu Gelbkristall von 4:96 bis zur vollständigen (100%igen) Orangekristallform zur Verfügung zu stellen.

Es ist ein weiteres Ziel der Erfindung, Methoden zur Herstellung solcher stabilen wäßrigen Suspensionskonzentratzusammensetzungen zur Verfügung zu stellen.

Diese und weitere Ziele werden durch die nachfolgende ausführliche Beschreibung der Erfindung noch offensichtlicher.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Erfindung betrifft stabile wäßrige Suspensionskonzentratzusammensetzungen oder wäßrige fließfähige Zusammensetzungen, die Pendimethalin, allein oder in Kombination mit sekundären Pestizid(en), enthalten. Bevorzugte erfindungsgemäße Zusammensetzungen enthalten in Ma.-% in Vol.-Konzentration ca. 5,0% bis 50,0% Pendimethalin mit einem

Verhältnis von Orangekristallform zu Gelbkristallform von ca. 4:96 bis zur vollständigen 100%igen Orangekristallform; ca. 0% bis 50% ein oder mehrere sekundäre Pestizide; ca. 3,0% bis 30% Zusatzstoffe wie oberflächenaktive Substanzen, Dispersionsmittel, Benetzungsmittel, Frostschutzmittel, Antischaummittel, Verdickungsmittel, Suspendiermittel, Konservierungsmittel und ähnliche, die das Pendimethalin nicht löslich machen oder aufhören; und ca. 20,0% bis 92,0% Wasser. Bevorzugte stabile wäßrige Suspensionskonzentrationen von Pendimethalin enthalten in Ma.-% in Volumenkonzentration ca. 5,0% bis 50% Pendimethalin, wobei 4,0% der Pendimethalinkristalle von der Orangekristallform, am besten 10,0% oder mehr der Pendimethalinkristalle von der Orangekristallform sind. Des weiteren enthalten die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen auch in Ma.-% in Volumenkonzentration ca. 0% bis 50,0% ein oder mehrere sekundäre Pestizide, die wasserlöslich sind oder einen Schmelzpunkt von über 70°C haben; ca. 0,5% bis 1,0% Antischaummittel; ca. 2,0% bis 20,0% Frostschutzmittel; ca. 2,0% bis 20,0% oberflächenaktive Substanzen, Dispersionsmittel, Benetzungsmittel oder Gemische daraus; ca. 0,05% bis 3,0% Verdickungsmittel; ca. 0,01% bis 1,0% Konservierungsmittel und den Rest bis auf 100% Wasser.

Zusatzstoffe

Pestizide, die für den Einsatz in den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen geeignet sind, sind Harnstoffe, Triazine, Imidazolinone, allein oder in Kombination, um nur einige zu nennen. Fungizide, Insektizide und Pflanzenwachstumsregulatoren, die Schmelztemperaturen über 70°C haben und/oder physikalische Eigenschaften besitzen, die der Herstellung von wäßrigen Suspensionskonzentrationen zuträglich sind, können ebenfalls in den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen eingesetzt werden.

Zusätzlich können auch wasserlösliche Pestizide wie Difenzoquat, Aminsalze, Alkali- oder Alkalimetallsalze von Ioxynil, Bromoxynil, Phenoxyessigsäuren und Imidazolincarbonsäuren wie 2-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-3-chinolin-carbonsäure und ähnliche leicht in die erfindungsgemäßen stabilen wäßrigen Suspensionskonzentrationen eingebaut werden.

Zu den bevorzugten höherschmelzenden Komponenten zur Verwendung in den erfindungsgemäßen wäßrigen Suspensionszusammensetzungen, die Pendimethalin enthalten, gehören:

Isoproturon, [N,N-Dimethyl-N'-(4-(1-methylethyl)-phenyl)-harnstoff]; Linuron [N-(3,4-Dichlorphenyl)-N'-methoxy-N'-methylharnstoff]; Metoxuron, N'-(3-Chlor-4-methoxyphenyl)-N,N-dimethylharnstoff; Chlortoluron, [N'-(3-Chlor-4-methylphenyl)-N,N-dimethylharnstoff]; Atrazin, [2-Chlor-4-ethyl-amino-6-isopropylamino-1,3,5-triazin; andere sekundäre Wirkstoffe sind Terbutylazin, 2-Tert-butyl-amino-4-chlor-6-ethylamino-1,3,5-triazin und Metolachlor, 2-Chlor-6'-ethyl-N-(2-methoxy-1-methylethyl)-acet-o-tolidid; Imidazolinonherbizide wie 2-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-3-chinolin-carbonsäure und wasserlösliche Salze davon und das isomere Gemisch von Methyl 6-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-m-toluat und Methyl 2-(4-Isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)-toluat.

Oberflächenaktive Stoffe (einschließlich Dispersionsmittel und/oder Benetzungsmittel), die in den erfindungsgemäßen wäßrigen Suspensionszusammensetzungen, welche festes Pendimethalin enthalten, geeignet sind, schließen ein: Ethylenoxid-/Propylenoxidkondensate; Alkyl-, Aryl- und Aryl-, Arylethoxylate und Derivate davon; Lignosulfonate; Cresol- und Naphthalen-Formaldehydkondensate und -sulfonate; Polycarboxylate und Derivate davon; sowie Gemische davon.

Es ist festgestellt worden, daß im allgemeinen anionische Polymere wie Cresol-Formaldehydkondensate und deren Sulfonate, Naphthalen-Formaldehydkondensate und deren Sulfonate und Lignosulfonate die Kristallbildung während der Lagerung minimieren und daher am meisten bevorzugt werden.

Suspendiermittel wie Polysaccharidgummis, z. B. Xanthangummi, Guargummi, Gummiarabikum und Zellulosederivate und ähnliches sind für den Zusatz in Mengen von ca. 0,02% bis 3,0% auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration geeignet. Konservierungsmittel zur Verhinderung von mikrobieller Zersetzung in den erfindungsgemäßen Zusammensetzungen werden nach Bedarf einbezogen. Ein Beispiel dafür ist eine 38%ige Formaldehydlösung. Andere Konservierungsmittel sind Methyl- oder Propylparahydroxybenzoat, 2-Brom-2-nitro-propan-1,3-diol, Natriumbenzoat, Glutaraldehyd, 0-Phenylphenyl, Benzisothiazolinone, 5-Chlor-2-methyl-4-isothiazolin-3-on, Pentachlorphenol, 2,4-Dichlorbenzylalkohol und Gemische daraus und andere dem Fachmann bekannte Konservierungsmittel. Silikonantischaummittel sind in den vorliegenden Zusammensetzungen nützlich.

Frostschutzmittel, wie Ethylenglycol, Propylenglycol, andere Glycole, Glycerin oder Harnstoff können den wäßrigen Suspensionskonzentrationen zugesetzt werden. Zusätzliche oberflächenaktive Stoffe, Konservierungsmittel und Verdickungsmittel, wie Tonerden, gefällte Silikas, Polyvinylalkohol, Polyvinyl-Pyrrolidon, Polyacrylamide und ähnliche können ebenso wie höherschmelzende Wirkstoffe oder ein Suspensionskonzentrat mit anderen Wirkstoffen zugegeben werden.

Herstellungsverfahren

Überraschenderweise ist festgestellt worden, daß stabile wäßrige Suspensionskonzentrationen von Pendimethalin mit mindestens 4,0% Pendimethalin in der Orangekristallform hergestellt werden, was im Gegensatz zu früheren Berichten steht. Nach dieser Erfindung kann Pendimethalin selbst in der großen Orangekristallform zur Formulierung von stabilen wäßrigen Suspensionen angewendet werden. Darüber hinaus können bis zu 100% des Pendimethalin bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen in der Orangekristallform vorhanden sein, während lediglich die Gelbkristallform zur Vermeidung von großen langgestreckten Kristallen von Pendimethalinformulaten begünstigt wurde. Wäßrige Suspensionskonzentrationen von Pendimethalin allein oder in Kombination mit einem zweiten höherschmelzenden Pestizid(en) enthalten somit auf der Basis von Masse in Volumenkonzentration ca. 5,0% bis 50,0% Pendimethalin mit ca. 4,0% bis 100% in der Orangekristallform; ca. 0% bis 50,0% ein oder mehrere sekundäre Pestizide mit einer Schmelztemperatur über 70°C oder wasserlöslicher Art; ca. 3,0% bis 30,0% Zusatzstoffe, die oben beschrieben sind, und den Rest bis auf 100% Wasser.

Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen lassen sich leicht herstellen, indem festes Pendimethalin Wasser zugegeben wird, das einige der Zusatzstoffe wie Antischaummittel und/oder Suspendiermittel enthalten kann, das entstandene fest-wäßrige Gemisch bei Umgebungstemperatur gemahlen wird, um eine durchschnittliche Teilchengröße von weniger als 20 Mikrometer, vorzugsweise 2 bis 10 Mikrometer, zu bekommen, und anschließend andere Zusatzstoffe wie Verdickungsmittel, Frostschutzmittel, oberflächenaktive Stoffe, Dispersionsmittel, Benetzungsmittel, Suspendiermittel und Konservierungsmittel nach Wunsch hinzugegeben werden.

