



C (45) Patentti myönnetty
Patent annettua 09.11.1987

(51) Kv.Ik.4/Int.Cl.4 C 07 F 9/38, A 01 N 57/20

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21)	Patentihakemus - Patentansökning	834159
(22)	Hakemispäivä - Ansökningsdag	14.11.83
(23)	Alkupäivä - Giltighetsdag	14.11.83
(41)	Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	17.05.84
(44)	Nähtäväsipanon ja kuuljulkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl skriften publicerad	31.07.87
(86)	Kv. hakemus - Int. ansökan	
(32)(33)(31)	Pyydetty etuoikeus - Begärd prioritet	16.11.82
	17.10.83 USA(US) 442067; 541504	
	Toteennäytetty-Styrkt	

(71) Stauffer Chemical Company, Westport, Connecticut, USA(US)

(72) Michael Paul Prisbylla, Richmond, California, USA(US)

(74) Leitzinger Oy

(54) Alumiini-N-fosfonometyyliiglysiini, sen käyttö herbisidinä ja sen valmistus - Aluminium-N-fosfonometylglycin, dess användning såsom herbicid och dess framställning

(57) Yhdistelmä

N-fosfonometyyliiglysiinin alumiinisuolo on ainoaltaatuinen yhdiste, joka on käyttökelpoinen esiintymisen jälkeisenä herbisidinä ja myös hyödyllinen kasvien kasvunsaätelyaineena; kiteenä ovat myös alumiini N-fosfonometyyliiglysiiniä sisältävät herbisidi- ja kasvunsaätelyseokset.

(57) Sammandrag

Aluminiumsalt av N-fosfonometylglycin är en unik förening, som kan användas som herbicid för efterbehandling och som även kan utnyttjas som planttillväxtregulator; uppfinningen avser även herbicid- och tillväxtregulatorblandningar, vilka innehåller aluminium N-fosfonometylglycin.

Alumiini-N-fosfonometyyliiglysiini, sen käyttö herbisidinä ja sen valmistus - Aluminium-N-fosfonometylglycin, dess användning såsom herbicid och dess framställning

Tämän keksinnön kohteena on uusi kemiallinen yhdiste, sen käyttö rikkaruohojen torjunnassa ja kasvien luonnollisen kasvun tai kehittymisen säätelyssä ja sen valmistusmenetelmä.

Kasvien kasvua tiedetään voitavan modifioida tai säädellä niin, että saadaan erilaisia hyödyllisiä vaikutuksia. Esimerkiksi kasveista voidaan poistaa lehdet tai estää lehtien kasvu kasvin tuottavien osien pysyessä muuttumattomina. Tällainen vaikutus usein kiihottaa kasvin tuottavien osien kasvua ja helpottaa korjuutoimia. Tällaiset vaikutukset aiheuttavat kemialliset aineet ovat erityisen hyödyllisiä pellava-, puuvilla- ja papukasveilla ja muilla saman laatuisilla satokasveilla. Vaikkakin lehtien poistaminen tappaa lehdet, se ei ole herbisidinen vaikutus, koska se ei vahingoita muuta kasvia. Käsitellyn kasvin kuoleminen on itse asiassa epäsuotavaa lehtien poiston yhteydessä, koska lehdet jäävät yhä kiinni kuolleetseen kasviin.

Toinen kasvien kasvun säätelyaineiden aiheuttama reaktio on vegetatiivinen kasvun yleinen hidastuminen. Tällä reaktiolla on suuri joukko erilaisia hyödyllisiä piirteitä. Eräissä kasveissa se pienentää tai poistaa normaalin kärki-dominanssin ja johtaa lyhyempään päävarteen ja voimakkaampaan haarautumiseen sivusuunnassa. Tuloksena saadaan pienempiä, pensasmaisempia kasveja, jotka paremmin kestävät kuivuutta ja tuhoeläimiä. Vegetatiivisen kasvun hidastuminen on myös hyödyllistä nurmikkoruoholle, joilla se vähentää pystykasvun nopeutta, lisää juurien kehittymistä ja tuottaa tiheimmän, vahvemman nurmen. Nurmiruohojen hidastuminen pidentää myös

nurmikoiden, golf-kenttien ja samanlaisten ruohoalueiden leikkuuväliä.

Hensley et al., Weed Research, 1978, vol. 18, ss. 287-291, on kuvannut eri kationien vaikutusta N-fosfonometyylyglysiinin aktiivisuuteen. Alumiinin mukanaolo savessa ja orgaanisessa aineessa näytti inaktivoivan tai merkittävästi alentavan N-fosfonometyylyglysiinin aktiivisuutta, kun kyseessä oli N-fosfonometyylyglysiinin inhiboivat vaikutukset juurien kasvuun. Tämän viitteen perusteella alumiinin mukanaolo siten aiheuttaa toksisuuden inaktivoitumista. Koemenetelmissä määritettiin juuri-biomäärityksillä eri kationien aiheuttama N-fosfonometyylyglysiinin adsorboitumisaste durran erääseen hybridilajiin. N-fosfonometyylyglysiinin arveltiin mahdollisesti kelatoivan alumiinin, joka siten aiheuttaisi N-fosfonometyylyglysiinin inaktivoitumisen. Tämä on vastoin esillä olevan keksinnön tietoja ja löytöjä.

Hanson'in et al. (1976), (tiivistelmä) Proc. 26th South. Weed Sci. Soc., 49 mukaan tapahtuu adsorptiota mineraalikolloideihin ja orgaaniseen ainekseen, koska N-fosfonometyylyglysiinin kanssa muodostuu alumiinikomplekseja. Sprankel et al. (1975) Weed Science, 23, sivut 229-234, ovat havainneet, että orgaaninen ja mineraali-maaperä inaktivoi nopeasti N-fosfonometyylyglysiinin ja että alumiinipitoiset kyllästetyt savilajit ja orgaaninen aines oli absorboinut enemmän N-fosfonometyylyglysiiniä kuin kyllästämättömät tai alumiinia sisältämättömät aineet. Sprengel et al. oletivat, että N-fosfonometyylyglysiini voi sitoutua alumiinia sisältävään maaperään, mikä aiheuttaa inaktivoitumista.

Myöskin muut viitteet ovat osoittaneet N-fosfonometyylyglysiinin fytotoksisuuden pienentyneen alumiinin mukanaolosta johtuen: Wills. G.D., (1973) Abstr. Weed. Sci. Soc. Am., s. 59; ja Phillips, (1975), Proc. North Cent. Weed Control

Nyttemmin on havaittu, että alumiini-N-fosfonometyyliiglysiini, jossa alumiinin moolisuhde happoanioniin on oleellisesti 1 - 4, on ainutlaatuinen ja uusi yhdiste, jolla on käyttöä maanviljelyksessä, se on esimerkiksi hyödyllinen säädeltäessä kasvien luonnollista kasvua tai kehittymistä ja se on kasveille fyto-toksinen, kun sitä käytetään herbisidisesti tehokas määrä. Keksinnön kohteena on siten ei-toivotun kasvuston torjuntamenetelmä, jossa esiintyöntymisen jälkeisessä tilassa olevalle kasvustolle annetaan herbisidisesti tehokas määrä tätä yhdistettä. Herbisidiset vaikutukset saadaan yleensä aikaan käyttämällä suurempia levitysmääriä kuin kasvin kasvua säätelevät vaikutukset. Tämä yhdiste torjuu erityisen tehokkaasti ruohorikkaruohoja. Nimitys "herbisidisesti tehokas määrä" tarkoittaa mitä tahansa määrää, joka tappaa kasvin tai jonkin sen osan. Nimityksellä "kasvit" tarkoitetaan itäviä siemeniä, esiintyöntyviä taimia ja jo vakiintunutta kasvutason, mukaanlukien sekä juuria että maanpäällisiä osia. Alumiini N-fosfonometyyliiglysiinillä on lisäksi havaittu olevan nämä selväpiirteiset ja toivottavat ominaisuudet, joita ei voi johtaa alan aikaisemmista tiedoista.

Herbisidiset vaikutukset saadaan aikaan vaikuttamalla haitallisesti kasvien luonnolliseen kasvuun tai kehittymiseen ja levitysvaikutusta voidaan vaihdella halutun tuloksen aikaansaamiseksi. Esillä olevan keksinnön mukainen yhdiste säätelee käsiteltyjen kasvien luonnollista kasvua tai kehittymistä monella eri tavalla, ja on huomattava, että nämä säätelyvaikutukset riippuvat kasvilajista toiseen tai levitysmäärästä toiseen.

Tämän keksinnön mukainen yhdiste voidaan helposti valmistaa N-fosfonometyyliiglysiinistä saattamalla jälkimmäinen reagoimaan alumiinilähteen kanssa veden läsnäollessa niin, että muodostuu vesiliuos. Liuoksen sisältämää yhdistelmää kuumennetaan tietty aika refluksointilämpötilassa ja annetaan jäähtyä,

suodatetaan ja vesiliuos väkevöidään lopulliseksi tuotteeksi. Kun tämän keksinnön mukaisen yhdisteen muodostamiseksi käytetään tätä menettelyä, alumiinikationin moolisuhteen N-fosfonometyylylglysiini-anioniin on havaittu olevan 1:4.

Tämän keksinnön mukainen yhdiste voidaan vaihtoehtoisesti tehdä saattamalla alumiinisuola, kuten alumiini-isopropoksidi reagoimaan N-fosfonometyylylglysiinin vesiliuoksen kanssa. Sen jälkeen kun on kuumennettu tietty aika refluksoiden tuote voidaan eristää vesiliuoksesta tavalliseen tapaan jäädyttämällä, suodattamalla ja väkevöimällä saatu liuos. Alumiinilähde voidaan luonnollisesti valita suuresta joukosta sekä orgaanisia että epäorgaanisia alumiiniyhdisteitä.

Alumiinilähde voi olla missä tahansa muodossa, kuten alumiinioksideina tai alumiinihydroksideina, joita on kaupallisesti saatavissa. N-fosfonometyylylglysiini on kaupallisesti saatavissa oleva aine, joka voidaan valmistaa fosfonometyloimalla glysiini, saattamalla etyylylglysinaatti reagoimaan formaldehydiin ja dietyylifosfiitin kanssa tai hapettamalla N-fosfonometyylylglysiini. Tällaisia menetelmiä on kuvattu US-patentissa 3,799,758 (Franz, 26.3.1974).

Esimerkit 1 ja 2 havainnollistavat alumiiniyhdisteen valmistusta ja esimerkit 3 ja 4 vastaavasti havainnollistavat epäselektiivistä herbisidistä aktiivisuutta ja kasvien kasvuun vaikuttavaa aktiivisuutta. Nämä esimerkit ovat ainoastaan havainnollistavia, ei-rajoittavia kuvauksia esillä olevan keksinnön mukaisen yhdisteen valmistamisesta ja sen tehosta ei-toivotun kasvuston torjunnassa.

ESIMERKKI 1

Alumiini N-fosfonometyylylglysiinin valmistaminen

200 ml pullossa, joka sisälsi 60 ml deionisoitua vettä, yhdistettiin alumiinihydroksidia (1,17 g, 0,015 moolia)

ja 7,5 g (0,045 moolia) N-fosfonometyylylglysiiniä. Pullo oli varustettu magneettisekoittimella. Tätä liuosta kuumennettiin refluksointilämpötilassa yksi tunti ja sen jälkeen annettiin seistä yön yli huoneen lämpötilassa. Reaktioseos sisälsi seuraavana päivänä enemmän kiinteää ainetta yön yli jäädyttämisen jälkeen. Liuosta kuumennettiin jälleen 3 tuntia refluksoiden ja sen jälkeen jäädytettiin huoneen lämpötilaan. Kiinteä aines poistettiin sen jälkeen suodattamalla ja vesisuodos stripattiin 30°C:ssa 1 mmHg paineessa. Jäännöksenä saatiin 8,0 g valkoista jauhetta, joka oli vesiliukoista ja jonka sulamispiste oli 231°C. Tämä valkoinen jauhe analysoitiin normaalilla tavalla. Kohdeyhdisteen vahvistettiin muodostuvan yhdestä osasta alumiinia ja 4 osasta N-fosfonometyylylglysiinianionia.

ESIMERKKI 2

Alumiini-isopropoksidia (1,02 g, 0,005 moolia) ja N-fosfonometyylylglysiiniä (0,02 moolia, 3,338 g) suspendoitiin 150 ml:aan vettä ja sen jälkeen hetken aikaa kuumennettiin refluksoiden, jolloin reaktiokomponentit liukenivat. Liuos jäädytettiin kirkkaaksi liuokseksi, joka sen jälkeen suodattettiin ja väkevöitiin, jolloin saatiin 3,66 g (kvantitatiivinen saanto) valkoista jauhetta. Yhdiste on vesiliukoista. Analyysi: teoreettinen: hiili 18,65 %, vety 4,79 %, typpi 7,25 %, fosfori 16,06 %, alumiini 3,49 %; todellinen: hiili 18,79 %, vety 4,59 %, typpi 7,39 %, fosfori 16,34 %, alumiini 3,50 %.

Tämän analyysin mukaan alumiinia on yksi osa neljää osaa kohti N-fosfonometyylylglysiiniä tetrahydraattina.

Käyttämällä transmissioelektronimikroskopiaa ja pienten kiteiden elektronidifraktiota saatiin tämän keksinnön mukaiselle yhdisteelle elektronidifraktiokuvio. Erilaisilla trikliinisillä yksikkökopeilla saatiin kolme faasia. Seuraa-

vassa taulukossa on annettu yksikkököoppien parametrit.

	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
A	27,53Å	22,91Å	20,32Å
B	19,50Å	16,22Å	14,39Å
C	18,61Å	18,46Å	18,51Å
α	72°	72°	72°
β	60°	60°	60°
γ	40°	50°	60°

Röntgensäteiden taipumakuvioiden (56) kaikki viivat selittyivät näiden kolmen yksikkökopin avulla. Alumiiniyhdisteen heijastuma-alue on 2,57-14,2Å, kun taas N-fosfonometyyliiglysiinin heijastuma-alue on 1,37-8,37Å.

Vesiliuoksen NMR-spektrin perusteella tässä ympäristössä oli erittäin monimutkainen dynaaminen tasapaino. Kiinteässä muodossa alumiiniyhdiste voi esiintyä useammassa kuin yhdessä konfiguraatiomuodossa, joten alumiiniyhdisteelle on vaikea antaa yhtä spesifistä rakennetta.

ESIMERKKI 3

Herbisidinen aktiivisuus

Tämä esimerkki havainnollistaa kohdeyhdisteen esiintyöntymisen jälkeistä herbisidistä aktiivisuutta.

Alumiiniset kasvatuslaatikot, joiden koko oli 15,2 x 22,9 x 8,9 cm, täytettiin 7,6 cm syvyydeltä hiesumaata, joka sisälsi 50 miljoonasosaa (ppm) sekä kaupallisena fungisidina saatavissa olevaa cis-N/(trikloorimetyyli)-tio/-4-syklohekseeni-1,2-dikarboksimidiä (Captan) että 17-17-17 lannoitetta (N-P₂O₅-K₂O-prosentit painosta laskettuna). Kunkin laatikon leveyssuunnan

poikki painettiin useita rivejä ja istutettiin sekä ruoholajien että leveälehtisten kasvilajien siemeniä. Seuraavassa luettelossa on käytetty rikkaruoholajeista englanninkielistä nimitystä ja satokasveista suomalaista nimitystä:

<u>Ruohot:</u>	<u>Leveälehtiset rikkaruohot</u>
DB downybrome	AMG annual morning glory
ARG annual ryegrass	CB cocklebur
WG watergrass	SES sesbania
SHC shattercane	VL velvetleaf
WO wild oats	MD mustard
FT foxtail	SP sicklepod
	PW pigweed

<u>Satokasvit:</u>	<u>Muut</u>
SOY soijapapu	YNG yellow nutsedge
RE riisi	
COT puuvilla	
CN maissi	
WH vehnä	
ML milo	
SB sokerijuurikas	

Leveälehtiset lajit istutettiin ensin ja ruohot neljä päivää myöhemmin. Kunkin lajin siemeniä istutettiin niin paljon, että esiintyöntymisen jälkeen saatiin riviä kohti 4 - 50 tainta riippuen kunkin kasvin koosta.

10 päivää ruohojen istuttamisen jälkeen suihkutettiin kaikkien lajien esiintyöntyneet taimet testattavien yhdisteiden vesiliuoksilla. Liuokset valmistettiin sellaisina laimennuksina, että 750 l/ha suuruinen suihkutusmäärä antoi testattavaa yhdistettä 0,28 - 2,24 kg ha kohti kunkin kokeen mukaisena määränä. Rikkaruohojen torjunta-aste käsitellyissä laatikoissa mitattiin käyttämällä standardina muita laatikoita, joita ei oltu lainkaan käsitelty.

19 päivän kuluttua verrattiin testilaatikoita standardeihin ja kunkin rivin rikkaruohojen määrä arvioitiin silmämääräisesti prosentteina vertailusta välillä 0 - 100 %. 0 % tarkoitti samaa kasvuastetta kuin sama rivi standardissa ja 100 % merkitsi rivin kaikkien rikkaruohojen täydellistä kuolemista. Kaiken tyyppiset kasvivauriot otettiin huomioon. Tulokset on esitetty taulukossa I.

TAULUKKO I
HERBISIDIKOKEEN TULOKSET

TESTATTU YHDISTE: Alumiini N-fosfonometyyliiglysiini

Levitysmäärä (kg/ha)	RUOHOT						Muut	
	DB	FT	ARG	WG	SCH	WO	AVE*	YNG
0,28	50	100	30	70	70	30	58	0
0,56	60	100	40	90	80	65	73	45
1,1	70	100	55	100	100	80	84	70
2,2	80	100	80	100	100	95	93	75

Levitysmäärä (kg/ha)	LEVEÄLEHTISET RIKKARUHOT							AVE*
	AMG	CB	SES	VL	MD	SP	PW	
0,28	60	40	40	50	75	50	40	51
0,56	65	50	70	70	80	60	50	64
1,1	70	70	75	75	90	65	60	72
2,2	75	85	80	80	100	70	70	80

Levitysmäärä (kg/ha)	SATOKASVIT						
	SOY	RC	COT	CN	WH	ML	SB
0,28	45	0	50	70	60	40	45
0,56	55	40	60	90	75	75	70
1,1	60	50	70	100	100	90	75
2,2	75	95	80	100	100	100	85

* AVE: keskiarvo

ESIMERKKI 4

Tämä esimerkki havainnollistaa tämän keksinnön mukaisen yhdisteen käyttökelpoisuutta säädeltäessä durran (Sorghum vulgare) kasvua.

Käytettiin seuraavaa koemenettelyä:

Joukko kuituruukkuja (12,7 x 12,7 x 12,7 cm) täytettiin kukin hiesumaalla, joka sisälsi 150 ppm 17-17-17 lannoitetta (so. sisälsi 17 painoprosenttia kutakin seuraavaa: N, P_2O_5 ja K_2O). Durra siemenet istutettiin jokaiseen ruukkuun yhteen riviin ja ruukut vietiin kasvihuoneeseen, jossa lämpötila pidettiin päivän aikana 27°C:ssa ja yön aikana 21°C:ssa. Seuraavan viiden viikon aikana esiintyntyneet kasvit harvennettiin kahteen ruukkuun kohti. Ruukkuja lannoitettiin aika ajoin 17-17-17 lannoitteella.

Noin 8 viikon kuluttua istuttamisen jälkeen kasvit suihkutettiin liuoksella, joka sisälsi testattavaa yhdistettä liuotettuna seokseen, joka sisälsi yhtä suuret määrät (1:1) asetonia ja 0,5 % polyoksietyleenisorbitaanimonolauraattia (Tween 20^R) sisältävää vettä. Suihkutusjärjestelmänä oli suora suihkutuspöytä. Testattavaa liuosta suihkutettiin 750 l ha:lle. Liuoksen konsentraatio määrättiin ennalta siten, että hehtaarille saatiin haluttu levitysmäärä kg:na (kg/ha), kun kasveille suihkutettiin yhteensä 750 l/ha. Valittu konsentraatio vastasi levitysmäärää 0,07, 0,15 ja 0,287 kg/ha.

Käsittelyn jälkeen kasvit vietiin kasvihuoneeseen vielä 14 päiväksi. Sokeripitoisuus määritettiin 5 päivän kuluttua sen jälkeen, kun varret oli katkaistu maan tasolle. Varret puristettiin niin, että saatiin muutama pisara kasvinestettä. Käsikäyttöisellä refraktometrillä mitattiin liuenneen kuiva-aineen kokonaismäärä nesteestä (TDS %) ilmoitettuna paino-

73695

prosentteina mehusta.

Kullakin levitysmäärällä tehtiin kaksi toisintoa. Vertailua varten mukana oli lisäksi käsittelemättömiä vertailukasveja. Tulokset on esitetty taulukoissa II ja III.

Taulukossa II on luetteloitu tiedot, jotka liittyvät oireisiin ja liuenneen kuiva-aineen kokonaismäärään. Annetut arvot ovat kunkin toisinnon keskiarvoja. Taulukossa III on annettu keskiarvot mittauksista, jotka saatiin kullakin käsittelymäärällä liuenneen kuiva-aineen kokonaismäärälle. Arvot osoittavat liuenneen kuiva-aineen määrän kasvaneen verrattuna tarkistuskasvien keskiarvoihin.

TAULUKKO II

Ei-täysikasvuisten kasvien liuenneen kuiva-aineen kokonaismäärä

Jokainen arvo 2 toisinnon keskiarvona

<u>Levitysmäärä (kg/ha)</u>	<u>Tois.</u>	<u>Pisteluku</u>	<u>Oireet^a</u>	<u>IDS%</u>
0,25	1	2	<u>St</u> , CH	5,8
	2	3	<u>St</u> , Ch	7,1
0,125	1	1	<u>St</u> , Ch	6,0
	2	1	<u>St</u> , Ch	5,3
0,0625	1	0		4,2
	2	0		4,5
0	1	0		4,5
	2	0		5,3

TAULUKKO IIITaulukko käsittelyjen keskiarvoista

Levitysmäärä (kg/ha)	TDS %	TDS %:n prosentuaalinen kasvu
0,25	6,5	33
0,125	5,7	16
0,0625	4,5	-8
0	4,9	0

St = Kitukasvuisuus (lyhentynyt somuväli)

Ch = Kloroosi

Alleviivattu cire tarkoittaa pääoiretta.

LEVITYSMENETELMÄT

Riippumatta siitä, käytetäänkö esillä olevan keksinnön mukaista yhdistettä kasvin kasvunsäätelyaineena tai herbi-sidinä, se on tehokkainta levitettynä suoraan kasveille niiden maasta esiintyöntymisen jälkeen. Pellolla levittämistä varten yhdiste yleensä tehdään maanviljelykseen sopivaan formulaatioon, joka sisältää sen levittämistä auttavia muita ainesosia ja laimentavia kantajia. Esimerkkejä tällaisista ainesosista tai kantajista ovat vesi, orgaaniset liuottimet, pölytteet, rakeet, pinta-aktiiviset aineet, vesi öljyssä ja öljy vedessä tyyppiset emulsiot, kostutus-aineet, dispergointiaineet ja emulgointiaineet. Formulaatio on yleensä pölytteenä, liuoksena, emulgoitavana konsentraattina tai kostutettavana jauheena.

A. PÖLYTTEET

Pölytteet ovat tiiviitä jauheseoksia, joissa aktiiviset yhdisteet on yhdistetty tiheään, vapaasti valuvan kiinteän kantajan kanssa. Ne on tarkoitettu levitettäväksi kuivassa

muodossa ja suunniteltu laskeutumaan nopeasti, jotta tuuli ei kuljettaisi niitä alueille, joille niitä ei haluta.

Kantaja voi olla mineraali- tai kasvisperäistä. Parhaiten se on orgaaninen tai epäorgaaninen jauhe, jolla on suuri irtotiheys, pieni pinta-ala ja alhainen nesteen absorptiokyky. Sopivia kantajia ovat kiilletalkit, pyrofylliitti, tiheät kaoliinisavet, tupakkapöly ja jauhettu kalsiumfosfaattikivi.

Pölytteen toimivuutta joskus parannetaan lisäämällä luonteeltaan ionillista, anionista tai ei-ionillista nestemäistä tai kiinteätä kostutusainetta. Parhaina pidettyjä kostutusaaineita ovat alkyylibentseeni- ja alkyylinaftaleenisulfonaatit, sulfatoitunut rasva-alkoholit, -amiinit tai happoamidit, natriumisotionaatin pitkäketjuiset happoesterit, natriumsulfosukkinaatin esterit, sulfatoitunut tai sulfonoidut rasvahappoesterit, kiviöljysulfonaatit, sulfonoidut kasviöljyt ja ditertiääriset asetyleeniglykolit. Myös dispergointiaineet ovat hyödyllisiä samoissa pölyteseoksissa. Tyypillisiä dispergointiaineita ovat metyyliiselluloosa, polyvinyyli-alkoholi, ligniinisulfonaatit, polymeeriset alkyylinaftaleenisulfonaatit, natriumnaftaleenisulfonaatti, polymetyyleenibisnaftaleenisulfonaatti ja natrium-N-metyyli-N-(pitkäketjuinen happo) tauraatit.

Pölytteen valmistuksen auttamiseksi lisätään pölyteseoksiin lisäksi usein inerttejä absorboivia jauhatusapuaineita. Sopivia jauhatusapuaineita ovat attapulgiittisavi, piimaasilika, synteettinen hienojakoinen silika ja synteettiset kalsium- ja magnesiumsilikaatit.

Tyypillisissä pölyteseoksissa on kantajia tavallisesti konsentraatioissa noin 30 - 90 painoprosenttia koko seoksesta. Jauhatusapuainetta on tavallisesti noin 5 - 50 painoprosenttia ja kostutusainetta noin 1,0 painoprosenttiin asti. Kun dispergointiaineita on mukana, niiden määrä on noin 0,5

painoprosenttiin asti ja mukana voi olla myös pienehköjä määriä kokkaroitumisen estoaineita ja antistaattisia aineita. Koko seoksen hiukkaskoko on tavallisesti noin 30 - 50 mikronia.

3. LIUOKSET

Aktiivisten yhdisteiden vesiliuokset valmistetaan siten, että haluttu määrä aktiivista ainesosaa saadaan levitysmäärästä, joka on noin 9 - noin 1875 l liuosta ha kohti. Liuoksen kostutuskykyä ja siten sen jakaantumista kasvin pinnalle voidaan parantaa lisäämällä tavallisesti pieni määrä ei-fytotoksista pinta-aktiivista ainetta, tyypillisesti välillä 0,05 ja 0,5 painoprosenttia. Anioniset, kationiset, ei-ionilliset, amfolyyttiset ja kahtaisionilliset pinta-aktiiviset aineet ovat kaikki hyödyllisiä tässä suhteessa. Taloudellisuuden ja käytännöllisyyden kannalta suositeltuja ovat nestemäiset seokset, joissa laimentimena käytetään vettä.

Sopivia anionisia pinta-aktiivisia aineita ovat rasva-alkoholisulfaattien, joissa rasvaketjussa on 8 - 18 hiiliatomia, alkalimetalli-, ammonium- ja amiinisuolat ja alkyylibentseenisulfonaattien, joissa on 9 - 15 hiiliatomia alkyyliketjussa, natriumsuolat. Sopivia kationisia pinta-aktiivisia aineita ovat dimetyyli-dialkyyli-kvaternäärinen ammonium-halogenidit, joiden alkyyliketjussa on 8 - 18 hiiliatomia. Sopivia ei-ionillisia pinta-aktiivisia aineita ovat 10-18-hiiliatomisten rasva-alkoholien polyoksietyleneiadduktit, alkyylifenolien polyetyleneioksidikondensaattit, joiden alkyylikejtuissa on 6 - 12 hiiliatomia ja joissa 5 - 25 moolia etyleneioksidia on kondensoitu kuhunkin alkyylifenolimooliin, ja sorbitaani-estereiden polyetyleneioksidikondensaattit, joissa on 10 - 40 moolia etyleneioksidia kondensoitu kuhunkin sorbitaani-esterimooliin. Sopivia amfolyyttisiä pinta-aktiivisia aineita ovat sekundääriset tai tertiääriset alifaattiset amiinijohdokset, joissa yksi alifaattinen substituentti sisältää

8 - 18 hiiliatomia ja toinen substituentti sisältää anionisen, veteenliuontavan ryhmän, kuten sulfaatin tai sulfonaatin. Esimerkkejä ovat natrium-3-dodekyyliaminopropionaatti ja natrium-3-dodekyyliaminopropaanisulfonaatti. Sopivia kahtais-ionillisia pinta-aktiivisia aineita ovat alifaattisten kvaternääristen ammoniumyhdisteiden johdokset, joissa yksi alifaattinen substituentti sisältää 8 - 18 hiiliatomia ja toinen sisältää anionisen, veteen liuontavan ryhmän. Esimerkkejä ovat 3-(N,N-dimetyyli-N-heksadekyyliamono)propaani-1-sulfonaatti ja 3-(N,N-dimetyyli-N-heksadekyyliammonio)-2-hydroksipropaani-1-sulfonaatti.

C. EMULGOITAVAT KONSENTRAATIT

Emulgoitavat konsentraatit ovat liuoksia, joissa aktiiviset aineet ja emulgointiaine on liuotettu veteen sekoittumattomaan liuottimeen. Ennen käyttöä konsentraatti laimennetaan vedellä niin, että muodostuu suspendoitu emulsio liuotinpisaroista.

Tyypillisiä emulgoitavissa konsentraateissa käytettäviä liuottimia ovat rikkaruohoöljyt, klooratut hiilivedyt ja veden kanssa sekoittumattomat eetterit, esterit ja ketonit.

Tyypillisiä emulgointiaineita ovat anioniset tai ei-ionilliset pinta-aktiiviset aineet tai näiden kahden seokset. Esimerkkejä ovat pitkäketjuiset merkaptaanipolyetoksialkoholit, alkyyliaryylipolyetoksialkoholit, sorbitaanirasvahappoesterit, polyoksietyleenieetterit sorbitaanirasvahappoestereiden kanssa, polyoksietyleeniglykoliesterit rasva- tai hartsihappojen kanssa, rasva-alkyloliamidikondensaatit, rasvaalkoholisulfaattien, öljyliukoisten kiviöljysulfonaattien kalsium- ja amiinisuolat tai parhaiten näiden emulgointiaineiden seokset. Tällaiset emulgointiaineet muodostavat tavallisesti noin 1 - 10 painoprosenttia koko seoksesta.

Tyypilliset emulgoitavat konsentraatit sisältävät noin

15 - 50 painoprosenttia aktiivista ainetta, noin 40 - 82 painoprosenttia liuotinta ja noin 1 - 10 painoprosenttia emulgointiainetta. Mukaan voidaan laittaa myös muita lisäaineita, kuten levitysaineita ja tartunta-aineita.

D. KOSTUTETTAVAT JAUHEET

Kostutettavat jauheet ovat veteen dispergoitavia seoksia, jotka sisältävät aktiivista ainetta, inerttiä kiinteää jatkoainetta ja yhtä tai useampaa pinta-aktiivista ainetta, jotka aikaansaavat veteen suspendoitaessa nopean kostumisen ja estävät flokkuloitumisen.

Sopivia kiinteitä jatkoaineita ovat sekä luonnonmineraalit että tällaisista mineraaleista synteettisesti saadut aineet. Esimerkkejä ovat kaoliniitit, attapulgiittisavi, montmorilloniittisavat, synteettiset silikat, synteettinen magnesiumsilikaatti ja kalsiumsulfaatti-dihydraatti.

Sopivia pinta-aktiivisia aineita ovat tyypiltään sekä ei-ionilliset että anioniset aineet ja nämä toimivat kostutusaineina ja dispergointiaineina. Tavallisesti mukana on yhtä kumpaakin. Suositeltuja kostutusaineita ovat alkyylibentseeni- ja alkyylinaftaleenisulfonaatit, sulfatoidut rasva-alkoholit, amiinit tai happoamidit, natriumisotionaatin pitkäketjuiset happoesterit, natriumsulfosukkinaatin esterit, sulfatoidut tai sulfonoidut rasvahappoesterit, kiviöljy-sulfonaatit, sulfonoidut kasviöljyt ja ditertiääriset asetyleeniglykolit. Parhaina pidettyjä dispergointiaineita ovat metyyliiselluloosa, polyvinyylialkoholi, ligniinisulfonaatit, polymeeriset alkyylinaftaleenisulfonaatit, natriumnaftaleenisulfonaatti, polymetyleenibisnaftaleenisulfonaatti ja natrium-N-metyyli-N(pitkäketjuinen happo)-tauraatit.

Tyypilliset kostutettavat jauheet sisältävät 25 - 90 paino-

prosenttia aktiivista ainetta, 0,5 - 2,0 % kostutusainetta, 0,25 - 5,0 % dispergointiainetta ja 9,25 - 74,25 painoprosenttia inerttiä jatkoainetta. Jatkoaineesta on usein 0,1 - 1,0 % korvattu korroosionestoaineella ja/tai vaahdonestoaineella.

E. YLEISTÄ

Yleisesti sanoen voidaan esiintyöntymisen jälkeisessä levitysmenetelmässä käyttää mitä tahansa tavanomaista maanviljelyksessä hyödyllistä levitysmenetelmää, mukaanlukien tavallista pölytys- tai suihkutusalaitteistoa. Halutun tuloksen aikaansaamisessa, olipa se sitten herbisidinen vaikutus tai kasvua säätelevä vaikutus, tehokas aktiivisen ainesosan määrä riippuu torjuttavan kasvilajin laadusta ja vallitsevista olosuhteista. Herbisidiset vaikutukset saavutetaan tavallisesti annostuksella 0,11 - 56 kg aktiivista ainesosaa hehtaarille, parhaiten 1,1 - 11, kun taas kasvin kasvunsäätely saadaan tavallisesti aikaan annoksella 0,11 - 22 kg aktiivista ainesosaa hehtaarille, parhaiten 0,56 - 5,6.

Patenttivaatimukset

1. Alumiini-N-fosfonometyylyglysiini, t u n n e t t u siitä, että alumiinin moolisuhde happoanioniin on oleellisesti 1 : 4.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen yhdiste, t u n n e t t u siitä, että se on oleellisesti hydratoidussa muodossa.
3. Ei-toivotun kasvuston torjuntamenetelmä, t u n n e t t u siitä, että patenttivaatimuksen 1 mukaista yhdistettä lisätään herbisidisesti tehokas määrä kasvupaikkaan, jossa torjunta halutaan saada aikaan.
4. Seos, jota käytetään herbisidinä kasvien kasvunsäätely-aineena, t u n n e t t u siitä, että se sisältää tehokkaan määrän N-fosfonometyylyglysiinin alumiiniyhdistettä, jossa alumiinin moolisuhde happoon on oleellisesti 1 : 4 ja vähintään yhtä apuainetta.
5. Ei-toivotun kasvuston torjuntamenetelmä, t u n n e t t u siitä, että patenttivaatimuksen 4 mukaista seosta, lisätään herbisidisesti tehokas määrä kasvukohtaan, jossa torjunta halutaan saada aikaan.
6. Menetelmä patenttivaatimuksen 1 mukainen alumiini-N-fosfonometyylyglysiinin valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että N-fosfonometyylyglysiini ja alumiiniyhdiste saatetaan reagoimaan veden läsnäollessa, kuumennetaan refluksoiden, jäähdytetään, suodatetaan ja väkevöidään suodos.
7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että alumiiniyhdiste on alumiinihydroksidi.
8. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että alumiiniyhdiste on alumiini-isopropoksidi.

Patentkrav

1. Aluminium-N-fosfonometylglycin, k ä n n e t e c k n a d därav, att molförhållandet mellan aluminium och syraanjonen väsentligen är 1 : 4.
2. Förening enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att den väsentligen är i hydratiserad form.
3. Förfarande för bekämpning av icke önskvärd vegetation, k ä n n e t e c k n a t därav, att en herbicidiskt effektiv mängd förening enligt patentkravet 1 tillföres det växtställe, där bekämpning önskas genomföras.
4. Blandning som används som herbicid för reglering av växters tillväxt, k ä n n e t e c k n a d därav, att den innehåller en effektiv mängd av en aluminiumförening av N-fosfonometylglycin, där molförhållandet mellan aluminium och syra väsentligen är 1 : 4 och minst och hjälpmedel.
5. Förfarande för bekämpning av icke önskvärd vegetation, k ä n n e t e c k n a t därav, att en herbicidiskt effektiv mängd blandning enligt patentkravet 1 tillföres det växtställe, där bekämpning önskas genomföras.
6. Förfarande för framställning av aluminium-N-fosfonometylglycin enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att N-fosfonometylglycin omsätts med en aluminiumförening i närvaro av vatten, uppvärms under återflöde, avkyls, filtreras och filtratet koncentreras.
7. Förfarande enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att aluminiumföreningen är aluminiumhydroxid.
8. Förfarande enligt patentkravet 8, k ä n n e t e c k n a t därav, att aluminiumföreningen är aluminiumpropoxid.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer