



**Ausschliessungspatent**

Erteilt gemäss § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes  
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11) **0153 755**

Int.Cl.<sup>3</sup>

3(51) A 01 N 39/00  
A 01 N 25/04  
A 01 N 25/30

**AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP A 01 N/ 224 815  
(31) 089,070

(22) 29.10.80  
(32) 29.10.79

(44) 03.02.82  
(33) US

(71) STAUFFER CHEMICAL CO WESTPORT;US;  
(72) SIMONS, RICHARD W.;US;  
(73) STAUFFER CHEMICAL CO WESTPORT;US;  
(74) INTERNATIONALES PATENTBUERO BERLIN, 1020 BERLIN, WALLSTR. 23/24

**(54) WAESSRIGES FLIESSFAEHIGES LAGERUNGSSTABILES HERBIZIDES KONZENTRAT**

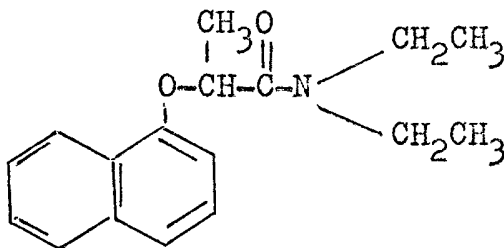
(57)Die Erfindung betrifft ein neues waeßriges, fließfaehiges Konzentrat mit ausgezeichneten Lagerungseigenschaften und Dispersionsstabilitaet bei sehr guter Handhabungsfahigkeit. Das Konzentrat besteht im wesentlichen aus a) von 10 bis 60 % 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid b) von 0,1 bis 2,0% Smektit-Ton c) von 1,0 bis 10,0% wasserloesliches, nichtionisches oberflaechenaktives Mittel d) von 0,5 bis 5,0 % wasserloesliches Dispergiemittel e) von 1,0 bis 20,0 % wasserloesliches Frostschutzmittel und der Rest ist Wasser, wobei die Feststoffteilchen eine durchschnittliche Teilchengroesse von etwa 5 bis 15  $\mu$ m aufweisen.

### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft neue herbizide Formulierungen, insbesondere neue wäßrige, fließfähige Konzentrate des Herbizids 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid.

### Bekannte technische Lösungen

Dieses Herbizid, das unter dem Handelsnamen "Napropamide" bekannt ist, weist folgende Struktur auf:



Die Synthese und die Verwendung dieser Verbindung ist aus der US-PS 3 480 671 (Tilles et al., 25.11.69), der US-PS 3 718 455 (Baker et al., 22.2.73) und der US-PS 3 998 880 (Mihailouski et al., 21.12.76) bekannt.

Napropamide ist ein in Wasser im wesentlichen unlöslicher Feststoff, der in Form emulgierbarer Konzentrate und Spritzpulver üblicherweise erhältlich ist. Dies ist eine Lösung des Herbizids und eines oberflächenaktiven Mittels in einem mit Wasser nicht oder nur teilweise mischbaren Lösungsmittel. Typische Lösungsmittel für emulgierbare

Konzentrate sind Mineralöle, Benzinprodukte, chlorierte Kohlenwasserstoffe, Ether, Ester und Ketone. Allerdings ist eine große Menge des Lösungsmittels erforderlich, die einen erheblichen Teil der Kosten des emulgierbaren Konzentrates ausmacht und

außerdem werden die natürlichen Ressourcen, aus denen das Lösungsmittel herrührt, schneller verringert.

Spritzpulver sind wasserdispergierbare Pulver, die das Herbizid, einen inerten Füllstoff und ein oder mehrere oberflächenaktive Mittel enthält, um die Benetzung zu verbessern und eine starke Ausflockung bei der Suspendierung mit Wasser zu verhindern. Übliche feste Füllstoffe sind natürliche Tonerde, Talkum, Diatomeenerde und synthetische Mineralfüllstoffe wie Silicagel und Silikate. Nachteilig und schwierig für den Anwender ist es, den Kontakt mit den Spritzpulvern bei der Handhabung und beim Vermischen wegen Staubcharakters der Pulver zu vermeiden.

Fließfähige Formulierungen erfordern dagegen kein oder nur wenig organisches Lösungsmittel und bei ihnen ist der Kontakt mit dem Anwender stark reduziert. Fließfähige Formulierungen sind konzentrierte Suspensionen eines festen Pestizids in einem wäßrigen System. Als eine dicke Flüssigkeit kann eine fließfähige Formulierung aus einem Behälter gegossen, gepumpt oder auf andere Weise wie andere viskose Flüssigkeiten befördert werden. Beim tatsächlichen Einsatz kann der Anwender die fließfähige Formulierung einfach bis zur gewünschten Konzentration verdünnen und dann auf das Feld aufbringen.

Die optimale fließfähige Formulierung ist die, die sich nur wenig oder gar nicht absetzt und eine so niedrige Viskosität hat, daß die Handhabung und das Vermischen mit angemessener Leichtigkeit möglich ist. Sie hat auch eine geringe Neigung zur Syneresis, wobei sich eine dünne Flüssigkeit aus dem Rest des Gemisches abtrennt, oder zur Grießbildung, die durch Aggregation der festen Herbizidteilchen hervorgerufen wird, insbesondere nach dem Einfrieren und anschließendem Auftauen der Suspension.

Während für eine Vielzahl von festen Pestiziden wäßrige fließfähige Konzentrate existieren, sind Handelsformen von

Napropamide meist auf emulgierbare Konzentrate und Spritzpulver beschränkt.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein wäßriges, fließfähiges Konzentrat von 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid bereitzustellen mit nur geringer Neigung zum Absetzen und zur Syneresis und ausgezeichneter Einfrier-Auftau-Charakteristika.

Ein weiteres Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung eines wäßrigen, fließfähigen Konzentrates von 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid, das im wesentlichen homogen und thixotrop ist und worin die Feststoffteilchen im wesentlichen nicht ausgeflockt sind und nur eine geringe oder gar keine Neigung aufweisen zum Absetzen eines harten Kuchens beim Stehen, der durch leichtes Rühren nicht ohne weiteres wieder eine Dispersion ergibt. Ferner soll das Konzentrat sich nach Verdünnung mit Wasser spontan verteilen.

Ein weiteres Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung eines Verfahrens zur Verhinderung unerwünschten Pflanzenwuchses durch Einsatz einer wäßrigen Dispersion einer herbizid wirksamen Menge von 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid auf den gewünschten Behandlungsort, wobei die Dispersion durch Verdünnen des wäßrigen, fließfähigen Konzentrates der vorliegenden Erfindung mit Wasser erfolgt.

Weitere Ziele ergeben sich aus der folgenden Beschreibung.

#### Wesen der Erfindung

Zwei überraschende Effekte sind für die erfindungsgemäße Lösung entscheidend. Erstens führen die verschiedenen Kombinationen der Bestandteile üblicher fließfähiger Formulierungen anderer Herbizide bei Kombination mit Napropamide zu einem Wirkungsanstieg mit sehr unterschiedlichen Ergebnissen. Zweitens

führt eine ganz besondere Kombination von Bestandteilen zu einer fließfähigen Formulierung mit unerwartet verbesserten Eigenschaften.

Es wurde insbesondere gefunden, daß eine fließfähige Formulierung auf wäßriger Basis mit hervorragender Stabilitäts- und rheologischen Eigenschaften erhalten wird, durch Kombination folgender Komponenten in den angegebenen Mengen:

| <u>Bestandteile</u>                                                             | <u>,Menge in Gew.-%</u>                  |
|---------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| Napropamide                                                                     |                                          |
| $\angle 2-(\alpha\text{-Naphthoxy})\text{-N,N-}$<br>$\text{diethylpropionamid}$ | 10 - 60, vorzugsweise<br>20 - 50         |
| Smektit-Ton                                                                     | 0,10 - 2,00, vorzugsweise<br>0,25 - 1,00 |
| Nichtionisches oberflächen-<br>aktives Mittel                                   | 1,0 - 10,0, vorzugsweise<br>1,0 - 5,0    |
| Dispergiermittel                                                                | 0,5 - 5,0 , vorzugsweise<br>0,5 - 2,0    |
| Gefrierpunktserniedriger                                                        | 1,0 - 20,0, vorzugsweise<br>10,0 - 20,0  |
| Wasser                                                                          | Ausgleich                                |

Die oben genannten Bestandteile werden zu einer Dispersion vereinigt und anschließend gemahlen, bis die durchschnittliche Korngröße der Feststoffe bei 5 bis 15  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise bei etwa 5 bis etwa 10  $\mu\text{m}$  liegt.

Die Formulierung kann auch noch zusätzliche Bestandteile für die weitere Verbesserung ihrer Eigenschaften enthalten, zum Beispiel: Viskositätsmodifikatoren, deflokkulierende Mittel,

Thixotropiemodifikatoren und die Syneresis steuernde Mittel. Derartige Bestandteile werden weiter unten noch detailliert beschrieben.

Die in der vorliegenden Erfindung eingesetzten Smektit-Tone sollen sowohl die natürlich vorkommenden als auch die synthetischen Smektite erfassen. Der Begriff "Smektit" wird allgemein für eine Gruppe sich ausdehnender Teile verwendet, die durch Substitution verschiedener metallischer Atome in der Tonstruktur von Pyrophylliten und Talkum entstehen. Insbesondere bezieht sich der Begriff "Smektit" auf Mineralien mit niedrigem Substitutionsgrad, im Unterschied zu den höher geladenen Vermiculiten. Beispiele von Smektit-Tonen sind Montmorillonit, Beidellit, Nontronit, Saponit, Hectorit, Sauconit, Stevensit und Bentonit. Verschiedene dieser Tone können auch entweder durch pneumolytische oder hydrothermale Synthese hergestellt werden. Bevorzugt ist dabei die hydrothermale Synthese, wo die wasserhaltigen Oxide oder Hydroxide der gewünschten Metalle in eine wäßrige Aufschlammung mit Natriumfluorid gebracht werden, wobei die Anteile denen in dem gewünschten Endprodukt entsprechen. Die Aufschlammung wird dann in einem Autoklaven unter autogenem Druck bei 100 bis 325° C erhitzt, bis sich das gewünschte Produkt gebildet hat. Weitere Hinweise zu Smektiten können in "Rock Forming Minerals", Bd. 3 Sheet Silicates von W.A. Deer et al., London 1962, S. 226-245 gefunden werden.

Die nichtionischen oberflächenaktiven Mittel der vorliegenden Formulierung dienen in erster Linie als Befeuchtungsmittel. Geeignete nichtionische oberflächenaktive Mittel sind alle solche wasserlösliche Substanzen, die aus dem Stand der Technik bekannt sind. Beispielsweise sind dies langkettige Alkyl- und Mercapto-Polyalkoxyalkanole, Alkyl-Aryl-Polyalkoxyalkanole, Sorbit-Fettsäureester, Polyoxyethylen-Ether, Polyoxyethylen-glykol-Ester und Polyoxyethylenether von Fett- und Harzsäuren

sowie Gemische dieser Verbindungen, Bevorzugte oberflächenaktive Mittel sind die Polyalkoxyalkanole.

Das Dispergiermittel der vorliegenden Formulierung kann einer der wasserlöslichen Stoffe sein, die als Dispergiermittel für fein verteilte Feststoffe in Wasser bekannt sind. Beispielsweise sind dies niedrigviskose Methylzellulose; wasserlöslicher, niedrigviskoser, teilweise hydrolysiertes Polyvinylalkohol; Polyoxyethylensorbitester gemischter Fettsäuren (Harzsäuren); gereinigte Natrium-Ligninsulfonate; Natriumsalze polymerisierter Alkaryl- und Arylalkylsulfonsäuren; Methylhydroxyethyl-Zellulose und Carboxymethylzellulose. Bevorzugte Dispergiermittel sind die Natrium-Ligninsulfonate.

Der Gefrierpunktniedriger kann ein Frostschutzmittel oder irgendeine andere wasserlösliche Substanz sein, die den Gefrierpunkt von Wasser proportional zu ihrer molaren Konzentration erniedrigen. Beispielsweise sind dies Glykole und Alkanole mit niedrigem Molekulargewicht wie Ethylenglykol, Propylenglykol, Methanol und Isopropanol; Harnstoffe; Salze wie Alkali- und Erdalkalihalogenide. Bevorzugt sind die Glykole.

Zusätzliche Bestandteile können je nach Bedürfnis des Anwenders oder Herstellers in die Formulierung eingearbeitet werden. Beispielsweise sind Xanthangummi, Polymethylvinylether/Maleinsäureanhydrid-Gemische, Carboxyvinyl-Polymere und Nonylphenoxypolymere als Eindickungsmittel brauchbar; Natrium-Mono- und Dimethylnaphthalensulfonate und ähnliche Stoffe können zur Erhöhung des thixotropen Index eingesetzt werden und vorgelatinierte Stärke sowie ähnliche Polymere dienen zur Verminderung des Auftretens der Syneresis. Der Einsatz dieser Additive ist abhängig von der Neigung zur Dispersion zum Absetzen und der entsprechenden Handhabung, die durch die relativen Mengen jeder der sechs Basisingredientien bestimmt wird: Napropamide, den Ton, das oberflächenaktive Mittel, das Dispergiermittel, das Frostschutzmittel und Wasser.

Das Napropamide wird vorzugsweise in einer Hammermühle oder Luftmühle bis zu einer Teilchengröße im Bereich von etwa 30  $\mu$ m bis etwa 5 mm Durchmesser gemahlen, bevor es in einer Vor-Aufschlammung mit den anderen Komponenten der Formulierung vereinigt wird. Nachdem die Vor-Aufschlammung fertig ist, wird sie weiter gemahlen, um die Feststoff-Teilchengröße auf den gewünschten Bereich von etwa 5 bis etwa 15, vorzugsweise etwa 5 bis etwa 10  $\mu$ m zu bringen. Kugelmühlen, Media-mühlen und Kolloidmühlen können beispielsweise für die Reduzierung auf die Endgröße eingesetzt werden.

#### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird weiter erläutert durch die folgenden Beispiele, die jedoch nicht als Begrenzung aufzufassen sind:

##### Beispiel 1

Die folgenden Bestandteile wurden in der vorgegebenen Weise und der genannten Menge miteinander vermischt (insgesamt 400g Formulierung):

1. Geopon<sup>®</sup> GA-2, ein gereinigter Smektit-Ton mit einer Teilchengröße von kleiner als 1  $\mu$ m, in einer wäßrigen Dispersion von 4 Gew.-% - 50,00 g oder 12,50 Gew.-% der Dispersion (0,50 Gew.-% Ton)
2. Wasser - 80,92 g oder 20,23 Gew.-%
3. Ethylenglykol - 60,00 g oder 15,00 Gew.-%
4. Puraflo<sup>®</sup> E 4, eine wasserlösliches, flüssiges, nichtionisches oberflächenaktives Mittel, ein Polyoxyethylen-Polyoxypropylen - Copolymeres - 14,00 g oder 3,50 Gew.-%
5. Antifoam A, ein Silikonöl, bestehend aus einem Dimethylpolysiloxan und Füllstoff - 0,40 g oder 0,10 Gew.-%



6. Polyfoam<sup>®</sup>H, ein gereinigtes Natrium-Ligninsulfonat-Dispergiermittel - 4,00 g oder 1,00 Gew.-%
7. Technisches 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid, 96 %ig, gemahlen mit einer Hammermühle - 190,68 g oder 47,67 Gew.-%

Die siebente Komponente wurde den ersten sechs langsam unter gleichzeitigem Rühren mit einem hochtourigen Cowles-Rührer hinzugesetzt. Nach Beendigung der Zugabe wurde die resultierende Aufschlammung 17 Stunden in einer Kugelmühle gemahlen. Das Ergebnis war ein fließfähiges Konzentrat mit einer Teilchengröße im Bereich von 1 bis 16  $\mu$ m und einer durchschnittlichen Teilchengröße von 5  $\mu$ m, gemessen mit Hilfe eines elektrischen Widerstandsverfahrens im Coulter-Zähler.

Das Konzentrat wurde mit Wasser verdünnt und es bildete sich spontan eine Dispersion mit dem zugesetzten Wasser. Eine Probe des Konzentrates wurde auf  $-12^{\circ}$  C abgekühlt für drei Stunden und blieb durchgehend flüssig. Eine weitere Probe wurde im Acetonbad bei  $-40^{\circ}$  C zu einem Feststoff abgekühlt. Nach dem Auftauen erwies sich die Probe als geschmeidig und homogen; es bildete sich kein Grieß (aggregierte Napropamide-Teilchen). Die aufgetaute Probe wurde dann dreimal wieder eingefroren und aufgetaut bei  $-15^{\circ}$  C bis  $-20^{\circ}$  C, auch danach blieb sie geschmeidig und homogen.

Zwei zusätzliche Proben wurden unberührt dreißig Tage gelagert, eine bei Umgebungstemperatur und die andere bei  $43^{\circ}$  C. Die gefrorene und wieder aufgetaute Probe (siehe voriger Absatz) wurde ebenfalls über die gleiche Zeit gelagert. Nach dieser Lagerungszeit zeigten alle drei Proben einen leichten Grad von Syneresis, jedoch keine Sedimentbildung. Die Homogenität wurde durch leichtes Schütteln des Probebehälters leicht wiederhergestellt.

#### Beispiel 2

Die folgenden Bestandteile wurden in den vorgegebenen Mengen

vermischt (insgesamt 430 g Formulierung):

Flüssige Bestandteile:

Wasser - 210 g oder 48,89 Gew.-%  
Propylenglykol - 12 g oder 2,79 Gew.-%  
Pluraflo E 4 - 14 g oder 3,26 Gew.-%  
Polyfon H - 4 g oder 0,93 Gew.-%

Feste Bestandteile:

Geopon GA-2 trocken - 2 g oder 0,47 Gew.-%  
technisches. 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid 94 %ig,  
mit Hammer- und Luftmühle gemahlen - 188 g oder 43,72 Gew.-%

Diese Formulierung weicht durch den Einsatz von Äthylenglykol für Propylenglykol vom Beispiel 1 ab. Weiterhin wurde kein Anti-Schaummittel eingesetzt, trockener Simektit-Ton verwendet und die Napropamidkonzentration gesenkt.

Die festen Bestandteile wurden den flüssigen hinzugesetzt und die entstandene Aufschlämmung mit der Kugelmühle bis zu einer durchschnittlichen Teilchengröße von 10  $\mu$ m gemahlen.

Nach Verdünnung mit Wasser bildete das Konzentrat spontan eine Dispersion. Eine Probe des Konzentrates wurde dreimal nacheinander eingefroren und aufgetaut wie in Beispiel 1. Es ergab eine geschmeidige und homogene Dispersion ohne Griebbildung.

Eine weitere Probe wurde 6 Stunden lang auf 43° C erhitzt, ohne daß eine äußerliche Veränderung eintrat. Eine andere Probe wurde 7 Tage unberührt bei Umgebungstemperatur gelagert. Danach zeigt sie einen leichten Grad von Syneresis und geringe Sedimentbildung, wobei beide Erscheinungen durch geringes manuelles Schütteln beseitigt werden konnten.

### Vergleichsbeispiel 1

In diesem Beispiel wurde anstelle eines Smektit-Tones ein attapulgitartiger Ton eingesetzt. Man erhält ein fließfähiges Konzentrat mit wesentlich geringerer Stabilität, wie die folgende Beschreibung zeigt.

Die folgenden Bestandteile wurden verwendet (Gesamtgewicht der Formulierung 400 g):

Attagel<sup>®</sup> 40, eine speziell hergestellte Form von mineralischem Attapulgit - 2,0 g ; 0,5 Gew.-%

Wasser - 190,6 g ; 47, 45 Gew.-%

Propylenglykol - 12,0 g ; 3,0 Gew.-%

Puraflo E 4 - 14,0 g ; 3,5 Gew.-%

Antifoam A - 0,4 g; 0,1 Gew.-%

Lomar<sup>®</sup> PWA, ein Dispergiermittel, ein Ammoniumsalz der Mononaphthalensulfonsäure - 4,0 g; 1,0 Gew.-%

Carbopol<sup>®</sup> 941, ein Viskositätsmodifikator, ein Polyacrylsäurepolymer - 1,0 g; 0,25 Gew.-%

technisches 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamide 94 %ig, gemahlen mit Hammer- und Luftmühle - 176,0 g; 44,0 Gew.-%

Die einzelnen Bestandteile wurden in einer Aufschlämmung vereinigt, die in einer Kugelmühle 6 Stunden lang gemahlen wurde. Man erhielt eine Dispersion pastöser Konsistenz. Es wurden zusätzlich 8 g Lomar-PWA und 8 g Polyfon H zusammen mit Wasser hinzugegeben. Die Dispersion war nunmehr flüssig und wurde über Nacht in einer Kugelmühle gemahlen. Man erhielt eine Dispersion mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von 7,2  $\mu$ m, wobei keine Sedimentation nach dem Stehenlassen beobachtet wurde. Nach einem Einfrier/Auftau-Vorgang zeigte eine Probe grießförmige Bestandteile, Napropamide-Teilchen

waren aggregiert. Nach Erwärmen auf 43° C verschwand die Sedimentation.

### Vergleichsbeispiel 2

In diesem Beispiel wird ein anionisches oberflächenaktives Mittel anstelle eines nichtionischen oberflächenaktiven Mittels als Befeuchtungsmittel eingesetzt. Wie im Vergleichsbeispiel 1 erhält man ein fließfähiges Konzentrat mit geringerer Stabilität, insbesondere nach dem Einfrieren. Die folgenden Bestandteile wurden in angegebener Weise und Menge vermischt (Gesamtgewicht der Formulierung 400 g):

1. Geopon GA-2, als 2 %ige wäßrige Dispersion - 100 g;  
25,0 Gew.-% der Dispersion" 0,50 Gew.-% des Tones
2. Propylenglykol -12,0 g ; 3,0 Gew.-%
3. Nuosperse <sup>®</sup> HOH, ein Dispergiermittel, ein anionisches wasserlösliches Polymer -10 g ; 2,5 Gew.-%
4. Wasser -100,6 g; 25,15 Gew.-%
5. Antifoam A - 0,4 g; 0,1 Gew.-%

Zu diesem Gemisch wurde eine zweite Mischung, bestehend aus folgenden Bestandteilen gegeben:

technisches 2-(~~1~~-Naphthoxy)-N,N-diehtylpropionamid - 168 g;  
42,0 Gew.-%

Sellogen <sup>®</sup> HR, ein anionisches oberflächenaktives Mittel als Befeuchtungsmittel, ein Natriumdialkylnaphthalensulfonat -  
1,0 g; 0,25 Gew.-%

Lomar PWA - 4,0 g ; 1,0 Gew.-%

Schließlich wurden 4,0 g (1,0 Gew.-%) Polyfon H hinzugegeben.

Die Aufschlämmung wurde sechs Stunden gemahlen, bis man eine Dispersion erhielt, die sich bei Verdünnung mit Wasser leicht

- 12 -

und spontan dispergieren ließ. Nach zwei Einfrier-/Auftauzyklen zeigte sich Grieß in der Dispersion.

Daraus geht deutlich hervor, daß die erfindungsgemäßen Formulierungen hinsichtlich Sedimentation und Grießbildung nach den Einfrieren und Auftauen wesentlich stabiler sind.

### Beispiel 3 - Herbizide Wirksamkeit

Um die herbizide Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Formulierungen darzustellen, wurde die in Beispiel 1 hergestellte Formulierung in einem Vorauflaufverfahren untersucht.

Annähernd 2 kg sandiger Lehmboden mit einem Feuchtigkeitsgehalt von etwa 9 %, der 75 ppm cis-N- $\left[ \text{Trichlormethyl} \right] \text{thio-7-4-cyclohexen-1,2-dicarboximid}$  (ein unter dem Namen Captan<sup>®</sup> bekanntes Fungizid) und 50 ppm 18-18-18 Dünger enthielt, wurden in einen 19 l Rotationsmischer gegeben. Während das Gemisch noch gerührt wurde, wurde eine 5 ml Probe einer wäßrigen Verdünnung der Formulierung von Beispiel 1 hinzugegeben. Die Verdünnung wurde so eingestellt, daß der behandelte Boden eine Menge von Napropamid äquivalent zu 0,84 kg/ha beim Aufbringen enthielt. Zusätzliche Bodenproben wurden in ähnlicher Weise unter Verwendung von zwei bekannten gebräuchlichen Napropamide-Formulierungen behandelt, mit einem emulgierbaren Konzentrat und einem Spritzpulver. Zum Vergleich wurden sie auf getrennten Pflanzflächen getestet. Das emulgierbare Konzentrat enthielt 0,24 kg/l aktiven Bestandteil, und das Spritzpulver enthielt 50 Gew.-% aktive Bestandteile.

Nach diesen Vorbereitungen wurde der Boden auf eine Fläche von 15,2 x 22,9 cm in einer Höhe von 7,0 cm aufgebracht (Fiber-Pflanzkasten). Der einer Tiefe von 1,3 cm entsprechende Boden wurde entfernt und sieben Reihen wurden quer über die Breite der Fläche eingedrückt. Jede Reihe wurde mit einer einzelnen Unkrautart gesät. Der Samen wurde so reichlich eingesetzt, daß etwa 20 bis 50 Sämlinge pro Reihe kamen. Die tatsächliche

- 13 -

Anzahl in jeder Reihe hing von der Größe der Pflanzen auf einer unbehandelten Fläche zur Bewertungszeit ab. Die Samen wurden dann mit dem vorher entfernten Boden bedeckt, und die Pflanzkästen wurden dann ins Gewächshaus gebracht, wo sie täglich gegossen und bei 21-29°C gehalten wurden. Folgende Unkräuter wurden eingesetzt:

- (1) *Hordeum vulgare*
- (2) *Setaria* Sp.
- (3) *Echinochloa crusgalli*
- (4) *Avena fatua*
- (5) *Rumex crispus*
- (6) *Lolium multiflorum*
- (7) *Sorghum halepense*

Drei Wochen nach der Behandlung wurden die behandelten und unbehandelten Pflanzen visuell verglichen und eingeschätzt. Der Grad der Kontrolle bei den behandelten Pflanzen wurde in Prozent ausgedrückt unter Verwendung der unbehandelten Flächen als Bezugsgröße. Für ein gegebenes Unkraut bedeutet daher 0 % keine Schädigung (das Wachstum ist vergleichbar mit dem unbehandelten Pflanzkästen) und 100 % die vollständige Vernichtung der gesamten Reihe. Die Resultate sind aus der Tabelle unten zu entnehmen

Prozent Unkrautschädigung mit  
0,75 lb/A Napropamide

| Formulierung<br>Unkraut              | (1) | (2) | (3) | (4) | (5) | (6) | (7) |
|--------------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Fließfähiges Konzentrat (Beispiel 1) | 70  | 100 | 98  | 95  | 100 | 100 | 50  |
| Emulgiertes Konzentrat               | 50  | 95  | 95  | 80  | 100 | 90  | 30  |
| Spritzpulver                         | 75  | 98  | 98  | 90  | 100 | 100 | 40  |

20.4.1981

AP A 01 N/224 815

58 296 / 12

Daraus ist zu entnehmen, daß die erzielten Wirkungen mit der neuen fließfähigen Formulierung gleich, wenn nicht besser sind als die, die man mit dem üblichen emulgierbaren Konzentrat und dem Spritzpulver erhält.

Der hier benutzte Begriff "Herbizid" soll eine Verbindung bezeichnen, die das Pflanzenwachstum steuert oder modifiziert. Der Begriff "herbizid wirksame Menge" wird verwendet, eine bestimmte Menge solch einer Verbindung oder Formulierung einer Verbindung zu bezeichnen, die in der Lage ist, eine derartige Wirkung hervorzurufen. Steuerungs- oder Modifizierungswirkungen erfassen alle Abweichungen von der natürlichen Entwicklung, beispielsweise: Abtöten, Retardierung, Entblätterung, Entwässerung, Regulierung, Verkrümmung, Verhinderung des Schößlingswachstums, Stimulierung, Blattverbrennung, Verkrüppelung und ähnliches. Der Begriff "Pflanzen" soll keimfähige Samen, sich entwickelnde Sämlinge und die vollständig entwickelten Pflanzen einschließlich Wurzeln und oberirdische Teile umfassen.

Das vorliegende fließfähige Konzentrat wird vor der Anwendung auf dem Feld mit Wasser verdünnt. Dies erfolgt vorzugsweise in einem Behälter mit Rührer, um die Dispergierung zu beschleunigen und zu einer homogenen Mischung zu gelangen. Der Grad der Verdünnung hängt vom Anwender ab, der dabei die Art des Unkrauts und den Grad der Behandlung berücksichtigen muß. Im allgemeinen sollte soviel Wasser hinzugesetzt werden, daß die Dispersion etwa 0,01 bis etwa 5,0 kg Napropamide pro Liter Dispersion enthält, vorzugsweise 0,1 bis etwa 1,0 kg/l.

Das Aufbringen auf das Feld kann in üblicher Weise erfolgen. Vorzuziehen sind Sprühverfahren von Baumsprühern und Hand-

sprühern bis zum Sprühen vom Flugzeug. Ort der Anwendung können der Boden, der Samen, die Sämlinge oder die ganze Pflanze sowie auch überflutete Felder sein.

Das fließfähige Konzentrat oder eine verdünnte Dispersion können auch dem Beregnungswasser unmittelbar vor dessen Einsatz auf dem Feld hinzugesetzt werden. Die Anwendungsmengen werden von denselben Faktoren bestimmt, die im vorigen Absatz geschildert wurden, und liegen allgemein von etwa 10 bis etwa 1000 Liter pro Hektar, vorzugsweise von etwa 50 bis etwa 500 l/ha.



Erfindungsanspruch

1. WäBriges, fließfähiges, lagerungsstabiles herbizides Konzentrat, gekennzeichnet dadurch, daß es unter spontaner Ausbildung eine Dispersion mit Wasser leicht verdünnbar ist und es im wesentlichen folgende Bestandteile aufweist (in Gew.-% vom Gesamtkonzentrat)

- a) von 10 bis 60 % (2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid;
- b) von 0,1 bis 2,0 % Smektit-Ton;
- c) von 1,0 bis 10,0 % wasserlösliches, nichtionisches oberflächenaktives Mittel;
- d) von 0,5 bis 5,0 % wasserlösliches Dispergiermittel;
- e) von 1,0 bis 20,0 % wasserlösliches Frostschutzmittel

und der Rest Wasser ist, wobei die Feststoffteilen eine durchschnittliche Teilchengröße von etwa 5 bis etwa 15  $\mu$ m aufweisen.

2. Konzentrat nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß es im wesentlichen folgende Bestandteile aufweist (in Gew.-% vom Gesamtkonzentrat)

- a) von 20 bis 50 % 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid;
- b) von 0,25 bis 1,0 % Smektit-Ton;
- c) von 1,0 bis 5,0 % wasserlösliches, nichtionisches oberflächenaktives Mittel;
- d) von 0,5 bis 2,0 % wasserlösliches Dispergiermittel;
- e) von 10,0 bis 20,0 % wasserlösliches Frostschutzmittel.

3. Konzentrat nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Feststoffteilchen eine durchschnittliche Teilchengröße von etwa 5 bis etwa 10 µm aufweisen.
4. Konzentrat nach Punkt 1, 2 oder 3, gekennzeichnet dadurch, daß das nichtionische oberflächenaktive Mittel ein Polyalkoxyalkanol ist.
5. Konzentrat nach Punkt 1, 2 oder 3, gekennzeichnet dadurch, daß das Dispergiermittel ein Natrium-Ligninsulfonat ist.
6. Konzentrat nach Punkt 1, 2 oder 3, gekennzeichnet dadurch, daß das Gefrierschutzmittel ein Glykol ist.
7. Verfahren zur Steuerung unerwünschten Pflanzenwachstums, gekennzeichnet dadurch, daß man auf den erwünschten Ort eine herbizid wirksame Menge eines fließfähigen wäßrigen Konzentrates aufbringt, das im wesentlichen aus folgenden Bestandteilen besteht (in Gew.-% vom gesamten Konzentrat):
  - a) von 10 bis 60 % (2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid;
  - b) von 0,1 bis 2,0 % Smektit-Ton;
  - c) von 1,0 bis 10,0 % wasserlösliches, nichtionisches oberflächenaktives Mittel;
  - d) von 0,5 bis 5,0 % wasserlösliches Dispergiermittel;
  - e) von 1,0 bis 20,0 % wasserlösliches Frostschutzmittel

und der Rest Wasser ist, wobei die Feststoffteilchen eine durchschnittliche Teilchengröße von etwa 5 bis 10 µm aufweisen.

8. Verfahren nach Punkt 7, gekennzeichnet dadurch, daß das aufgebraachte Konzentrat im wesentlichen folgende Bestandteile aufweist (in Gew.-% vom Gesamtkonzentrat):
  - a) von 20 bis 50 % 2-( $\alpha$ -Naphthoxy)-N,N-diethylpropionamid;
  - b) von 0,25 bis 1,0 % Smektit-Ton;
  - c) von 1,0 bis 5,0 % wasserlösliches, nichtionisches oberflächenaktives Mittel;
  - d) von 0,5 bis 2,0 % wasserlösliches Dispergiermittel;
  - e) von 10,0 bis 20,0 % wasserlösliches Frostschutzmittel.
9. Verfahren nach Punkt 7, gekennzeichnet dadurch, daß die Feststoffteilchen eine durchschnittliche Teilchengröße von etwa 5 bis etwa 10  $\mu$ m aufweisen.
10. Verfahren nach Punkt 7, 8 oder 9, gekennzeichnet dadurch, daß das nichtionische oberflächenaktive Mittel ein Polyalkoxyalkanol ist.
11. Verfahren nach Punkt 7, 8 oder 9, gekennzeichnet dadurch, daß das Dispergiermittel ein Natrium-Ligninsulfonat ist.
12. Verfahren nach Punkt 7, 8 oder 9, gekennzeichnet dadurch, daß das Frostschutzmittel ein Glykol ist.