



УКРАЇНА

(19) UA (11) 75608 (13) C2
(51) МПК (2006)
A01P 13/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ТВЕРДОЇ ГЕРБІЦИДНОЇ ПРЕПАРАТИВНОЇ ФОРМИ ТА ЇЇ ЗАСТОСУВАННЯ

1

2

(21) 2003032605

(22) 30.08.2001

(24) 15.05.2006

(86) РСТ/EP01/10001, 30.08.2001

(31) 100 43 122.4

(32) 31.08.2000

(33) DE

(46) 15.05.2006, Бюл. № 5, 2006 р.

(72) Ягер Карл-Фридріх, DE, Цагар Кирілл, DE

(73) БАСФ АКЦІЄНГЕЗЕЛЬШАФТ, DE

(56) UA 26471, C2, 11.10.1999

EP 0 124 295, A2, 07.11.1984

EP 0 764 404, A1, 26.03.1997

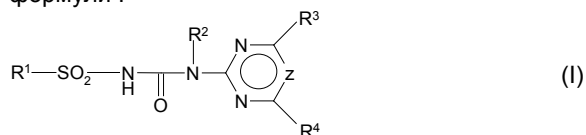
WO 9834482, A1, 13.08.1998

WO 9842192, A1, 01.10.1998

PESTICIDE SCIENCE, ELSEVIER APPLIED
SCIENCE PUBLISHER. BARKING, GB. Vol. 29, Nr.
3, Page(s): 247-261(57) 1. Спосіб одержання твердої гербіцидної пре-
паративної форми, яка містить:а) гербіцид із групи сульфонілсечовин або їх со-
лей, які застосовують у сільському господарстві,
г) один або декілька допоміжних для препаратив-
ної форми агентів,який **відрізняється** тим, що сульфонілсечовину
(а) з одним або декількома допоміжними агентами
(г) суспендують у воді в суспензію,
суспензію доводять до значення рН від 6,5 до 8
шляхом додавання кислоти або основи та
сушать з одержанням твердої препаративної фо-
рми.2. Спосіб за п.1, який **відрізняється** тим, що дода-
тково застосовують:

б) один або декілька гербіцидів і/або

в) захисний засіб.

3. Спосіб за п.1 або 2, який **відрізняється** тим, що
як гербіцид (а) застосовують сульфонілсечовину
формули I

у якій замісники мають такі значення:

R¹ означає N-(C₁-C₄-алкіл)-N-(C₁-C₄-
алкілсульфоніл)аміно або ароматичне або гетеро-
ароматичне кільце, вибране з групи, яка включає
феніл, бензил, 1H-піразол-5-іл, піридин-2-іл, тіо-фен-3-іл або імідазол[1,2-а]піридин-3-іл, причому
ароматичне кільце необов'язково може мати від
одного до трьох замісників, вибраних з групи, яка
включає галоген, C₁-C₄-алкіл, C₁-C₄-галогеналкіл,
C₁-C₄-алкокси, C₁-C₄-галогеналкокси,
1-C₄-алкокси-C₁-C₄-алкіл, карбоксил, C₁-C₄-
алкоксикарбоніл, 3-оксетанілоксикарбоніл, аміно-
карбоніл, C₁-C₄-алкіламінокарбоніл, ді-(C₁-C₄-
алкіл)амінокарбоніл, C₁-C₄-алкілсульфоніл, фор-
міламіно, C₁-C₄-алкілкарбоніламіно, (C₁-C₄-
алкілкарбоніламіно)-C₁-C₄-алкіл, C₁-C₄-
алкілсульфоніламіно, (C₁-C₄-
алкілсульфоніламіно)-C₁-C₄-алкіл;R² означає водень або метил;R³ та R⁴ незалежно один від одного означають:галоген, C₁-C₄-алкіл, C₁-C₄-галогеналкіл, C₁-C₄-
алкокси, C₁-C₄-галогеналкокси, аміно, C₁-C₄-
алкіламіно, ді-(C₁-C₄-алкіл)аміно;

Z означає N, CH;

або їх солі, які застосовують в сільському госпо-
дарстві.4. Спосіб за будь-яким з пп.1-3, який **відрізняється**
тим, що як гербіцид (а) застосовують сульфоні-
лсечовину, яка вибрана з групи, що включає три-
тосульфурон, бензсульфурон-метил, хлоримурон-
етил, хлорсульфурон, циносульфурон, галосуль-
фурон-метил, етаметсульфурон-метил, фласасу-
льфурон, імазосульфурон, метсульфурон-метил,
нікосульфурон, примісульфурон-метил, піразосу-
льфурон-етил, римсульфурон, сульфометурон-
метил, тифенсульфурон-метил, триасульфурон,
трибенурон-метил, трифлусульфурон-метил, про-
сульфурон, етокисульфурон, азимсульфурон,
оксасульфурон, сульфосульфурон, йодосульфу-
рон, форамсульфурон, трифлуксисульфурон, амід-
досульфурон, мезосульфурон, флупірсульфурон-
метил, йодосульфурон-метил та їх солі, які засто-
совують в сільському господарстві.5. Спосіб за п.4, який **відрізняється** тим, що як
гербіцид (а) застосовують тритосульфурон або
його сіль, яку застосовують в сільському господ-
дарстві.6. Спосіб за п.2, який **відрізняється** тим, що за-
стосовують гербіцид (б), вибраний із групи, яка
включає цинідон-етил, флоразулам, флукарбазон,
прокарбазон, бентазон, дикамба, МСРА, мекоп-
роп-П, клефоксидим, цилкоксидим та їх солі, які
застосовують у сільському господарстві.

(13) C2

(11) 75608

(19) UA

7. Спосіб за п.2 або п.6, який **відрізняється** тим, що застосовують захисну речовину (в), яка вибрана з групи, яка включає клоквінтоцет, клоквінтоцет-мексил, дициклонон, фурилазол, фенхлоразол, фенхлоразол-етил, мефенпір, мефенпір-діетил, ізоксадифен, ізоксадифен-етил та їх солі, які застосовують у сільському господарстві.
8. Спосіб за будь-яким з пп.1-7, який **відрізняється** тим, що як допоміжний для препаративної форми агент (г) застосовують твердий носій.
9. Спосіб за будь-яким з пп.1-8, який **відрізняється** тим, що як допоміжний для препаративної форми агент (г) застосовують поверхнево-активну речовину.
10. Спосіб за п.2, який **відрізняється** тим, що за-

стосовують:

- від 0,5 до 85 мас.% сульфонілсечовини а),
до 75 мас.% гербіциду б),
до 50 мас.% захисної речовини в),
від 15 до 99,5 мас.% допоміжних(-ого) для препаративної форми агентів(-а) г).
11. Спосіб за будь-яким з пп.1-10, який **відрізняється** тим, що суспензію доводять до значення рН від 6,5 до 7,5.
12. Спосіб за будь-яким з пп.1-11, який **відрізняється** тим, що суспензію доводять до значення рН від 6,8 до 7,2.
13. Застосування гербіцидної препаративної форми, одержаної способом за п.1, для боротьби з шкідливими рослинами.

Винахід відноситься до способу одержання твердої гербіцидної препаративної форми на базі сульфонілсечовин, необов'язково з іншими гербіцидами та необов'язково з іншими захисними засобами, а також з допоміжними для препаративної форми агентами.

Сульфонілсечовини з гербіцидними властивостями відомі з різних літературних джерел, [наприклад, з EP-388 873, EP-559 814, EP-291 851, DE-40 07 683 та з Conference Proceedings "Fluorine in Agriculture", 9-11-січня 1995, Manchester, розділ "New Fluoro Intermediates for Herbicidal Sulfonylureas"].

До цього загального класу речовин відноситься також і тритосульфурон формули Ia, який являє собою найбільш переважну сульфонілсечовину, у якості твердої препаративної форми за винаходом.

Препаративні форми на базі сульфонілсечовин відомі, [наприклад, з таких публікацій, як EP-A 0 859 548 та EP-A 0 955 809].

З літературних джерел відомо, що препаративні форми, які містять сульфонілсечовини, є проблематичними у відношенні стабільності діючої речовини, тому що діюча речовина при несприятливих умовах може з часом розкладатися. Бажаної гербіцидної дії тоді вже не спостерігається. Тенденція до розкладання проблематична також і у відношенні вимог при реєстрації, тому що при реєстрації ставляться визначені мінімальні вимоги щодо стабільності діючих речовин у препаративних формах.

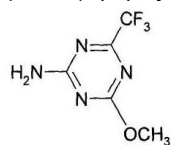
[У JP-A 62/084004] описується застосування карбонату кальцію та триполіфосфату натрію для стабілізації препаративних форм, які містять сульфонілсечовину.

[У заявці JP-A 63/023806] описується рішення проблеми стабільності шляхом застосування спеціальних носіїв та рослинних олій для одержання твердих препаративних форм, які містять сульфонілсечовину [У заявці JP-A 08/104603] розкриті подібні ефекти при застосуванні епоксидованих природних олій. Обидві вищенаведені публікації мають у якості спільної ознаки впровадження в тканини рослинних олій у препаративній формі, щоб використовувати поряд з поліпшеною стабі-

льністю ефект, який підвищує дію цих застосовуваних у якості ад'ювантів речовин.

При використанні рослинних олій у рідких препаративних формах (як правило, суспендовані концентрати) використовуються подібні ефекти [див. заявки EP-A 313 317 та EP-A 554 015].

Тенденція до розкладання тритосульфурону формули Ia може бути розпізнана, наприклад, за рахунок того, що вміст діючої речовини знижується або вміст продуктів розкладання, таких, як, наприклад, 2-аміно-4-метокси-6-трифторметилтріазин (AMTT) формули A,



(A)

підвищується.

[З патентної заявки EP-A 0 124 295] відомо таке рішення, при якому стабільні водні препаративні форми визначених сульфонілсечовин можуть бути отримані таким чином, що до водних суспензій діючих речовин додають солі карбонових або неорганічних кислот, які застосовують в сільському господарстві, значення рН яких становить від 6 до 10. [У патентній заявці EP-A 0 124 295] описуються винятково водні сполуки.

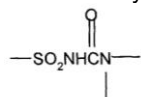
Задачею винаходу є розробка способу одержання твердих препаративних форм які містять сульфонілсечовину у якості діючої речовини, які мають значно більш високу стабільність при збереженні в порівнянні з твердими препаративними формами аналогів.

Ця задача вирішується відповідно до винаходу способом одержання твердих гербіцидних препаративних форм, які містять:

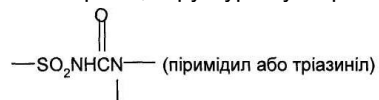
- а) гербіцид із групи сульфонілсечовин або їх солей, які застосовують у сільському господарстві,
 - б) необов'язково ще один або декілька гербіцидів,
 - в) необов'язково захисний засіб,
 - г) один або декілька допоміжних для препаративної форми агентів,
- який відрізняється тим, що сульфонілсечовину а) необов'язково з одним або декількома гербіци-

дами б) та, необов'язково, із захисним засобом в) та одним або декількома допоміжними агентами г) суспендують у воді у суспензію, суспензію доводять до значення рН від 6,5 до 8 шляхом додавання кислоти або основи та сушать з одержанням твердої препаративної форми.

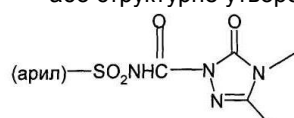
У якості сульфонілсечовини а) придатні переважно сполуки, які містять структурне утворення:



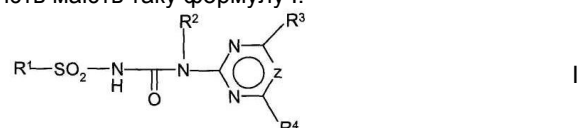
зокрема, структурне утворення:



або структурне утворення:



Переважно сульфонілсечовини які застосовують мають таку формулу I:



де замісники мають наступні значення:

R^1 позначає N-(C₁-C₄-алкіл)-N-(C₁-C₄-алкілсульфоніл)аміно або ароматичне або гетероароматичне кільце, яке обирають з групи, яка включає феніл, бензил, 1H-піразол-5-іл, піридин-2-іл, тіофен-3-іл та імідазол[1,2-а]-піридин-3-іл, причому ароматичне кільце при бажанні може мати від одного до трьох замісників, які обрані з групи, яка включає галоген, C₁-C₄-алкіл, C₁-C₄-галогеналкіл, C₁-C₄-алкокси, C₁-C₄-галогеналкокси, C₁-C₄-алкокси-C₁-C₄-алкіл, карбоксил, C₁-C₄-алкоксикарбоніл, 3-оксетанілоксикарбоніл, амінокарбоніл, C₁-C₄-алкіламінокарбоніл, ди-(C₁-C₄-алкіл)амінокарбоніл, C₁-C₄-алкілсульфоніл, форміламіно, C₁-C₄-алкілкарбоніламіно, (C₁-C₄-алкілкарбоніламіно)-C₁-C₄-алкіл, C₁-C₄-алкілсульфоніламіно, (C₁-C₄-алкілсульфоніламіно)-C₁-C₄-алкіл,

R^2 позначає водень або метил,

R^3 та R^4 позначають незалежно один від одного галоген, C₁-C₄-алкіл, C₁-C₄-галогеналкіл, C₁-C₄-алкокси, C₁-C₄-галогеналкокси, аміно, C₁-C₄-алкіламіно, ди-(C₁-C₄-алкіл)аміно,

Z позначає N, CN

або їх солі, які застосовують у сільському господарстві.

Особливо кращими сульфонілсечовинами формули I є:

АСС 322 140;

Амодосульфурон;

азимсульфурон (N-[[[4,6-диметокси-2-піримідиніл)аміно]-карбоніл]-1-метил-4-(2-метил-2H-тетразол-5-іл)-1H-піразол-5-сульфонамід);

бензсульфурон-метил(метил-2-[[[4,6-диметокси-2-піримідиніл)-аміно]-карбоніл]аміно]сульфоніл]метил]бензоат);

етил-2-[[[4-хлор-6-метокси-2-піримідиніл)-

аміно]карбоніл]аміно]сульфоніл]бензоат(хлоримуронетил);

2-хлор-N-[[[4-метокси-6-метил-1,3,5-тріазин-2-іл)аміно]карбоніл]бензолсульфонамід (хлорсульфурон);

хлорсульфоксим;4

циносульфурон;

циклосульфамурон;

етаметсульфурон-метил(метил-2-[[[4-етокси-6-(метиламіно)-1,3,5-тріазин-2-іл)аміно]карбоніл]аміно]сульфоніл]-бензоат);

етокисульфурон;

флазасульфурон;

флупірсульфурон(метил-2-[[[4,6-диметокси-2-піримідиніл)-аміно]-карбоніл]аміно]сульфоніл]-6-(трифторметил)-3-піридин-карбоксилат);

галосульфурон-метил;

імазосульфурон;

метил-2-[[[4-метокси-6-метил-1,3,5-тріазин-2-іл)аміно]карбоніл]аміно]сульфоніл]бензоат(метсульфурон метил);

нікосульфурон(2-[[[4,6-диметокси-2-піримідиніл)аміно]-карбоніл]аміно]сульфоніл]-М,М-диметил-3-піридинкарбоксамід);

оксасульфурон;

примісульфурон(метил 2-[[[4,6-біс(диформетокси)-2-піримідиніл)аміно]карбоніл]аміно]сульфоніл]бензоат)

просульфурон;

піразосульфурон-етил(етил 5-[[[4,6-диметокси-2-піримідиніл)-аміно]-карбоніл]аміно]сульфоніл]-1-метил-1H-піразол-4-карбоксилат);

римсульфурон (N-[[[4,6-диметокси-2-піримідиніламіно]карбоніл]-3-(етилсульфоніл)-2-піридинсульфонамід);

сульфосульфурон;

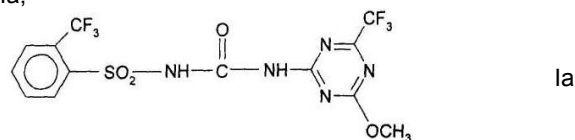
сульфометурон-метил (метил 2-[[[4,6-диметил-2-піримідиніл)-аміно]-карбоніл]аміно]сульфоніл]бензоат);

тіфенсульфурон-метил(метил-3-[[[4-метокси-6-метил-1,3,5-тріазин-2-іл)аміно]карбоніл]аміно]сульфоніл]-2-тіолфен-карбоксилат);

2-(2-хлоретокси)-N-[[[4-метокси-6-метил-1,3,5-тріазин-2-іл)-аміно]карбоніл]бензолсульфонамід (тріасульфурон);

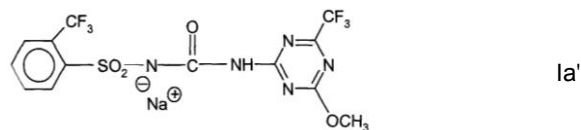
трибенурон-метил(метил-2-[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-тріазин-2-іл)-N-метиламіно]карбоніл]аміно]сульфоніл]бензоат);

трифлусульфурон-метил(метил-2-[[[4-(диметиламіно)-6-(2,2,2-трифторетокси)-1,3,5-тріазин-2-іл)аміно]-карбоніл]-аміно]сульфоніл]-3-метилбензоат) та тритосульфурон(N[[[4-метокси-6-(трифторометил)-1,3,5-тріазин-2-іл)аміно]карбоніл]-2-(трифторометил)бензенсульфонаміди) формули Ia,



та тритосульфурон-натрієва сіль (N-[[[4-метокси-6-(трифторометил)-1,3,5-тріазин-2-

іл)аміно]карбоніл]-2-
(трифторометил)бензенсульфонаміди) формули
Ia':



Особливо кращими є тритосульфурон та три-
толсульфурон-натрієва сіль.

Частка сульфонілсечовин а) або їх солей, які
застосовують у сільському господарстві, складає
від 0,5 до 85мас.%, переважно, від 25 до 75мас.%,
у перерахунку на тверду препаративну форму.

У разі потреби за способом по винаходу може
застосовуватися ще один або кілька гербіцидів б).
Придатними гербіцидами б) є, наприклад, цинідон-
етил, флорасулам, флукарбазон, прокарбазон,
бентазон, дикамба, МЦПА, мекопроп-П, клефокси-
дім, циклоксидім та їхні солі, які застосовують у
сільському господарстві.

Особливо кращими є цинідон-етил, флукарба-
зон та дикамба.

Додаткове застосування гербіцидів б) є необо-
в'язковим. При такому застосуванні частка гербі-
цидів б) або частка їх солей, які застосовують у
сільському господарстві складає від 0,5 та до
75мас.%, у перерахунку на тверду препаративну
форму.

У разі потреби за способом по винаходу мо-
жуть застосовуватися захисні речовини в). Прида-
тними захисними речовинами в) є, наприклад, кло-
квінтоцет, клоквінтоцет-мексил, дициклонон,
фурилазол, фенхлоразол, фенхлоразол-етил,
мефенпір, мефенпір-діетил, ізоксадіфен, ізоксаді-
фен-етил та їхні солі, які застосовують у сільсько-
му господарстві.

Особливо кращими є дициклонон, ізоксадіфен
та ізоксадіфен-етил.

Додаткове застосування захисних речовин в) є
необов'язковим. При їхньому застосуванні їхня
частка або частка їх солей, які застосовують у
сільському господарстві, складає від 0,5 та до
50мас.%, у перерахунку на тверду препаративну
форму.

Поряд з вищенаведеними компонентами а), б)
та в) за способом по винаходу ще застосовуються
допоміжні для препаративної форми агенти в кіль-
кості від 15 до 99,5мас.%.
Як поверхнево-активні речовини у контексті
даного винаходу придатні солі лужних, лужнозе-
мельних металів або амонієві солі ароматичних
сульфокислот, наприклад, лігносульфокислоти,
фенолсульфокислоти, нафталін сульфокислоти та
дибутилнафталінсульфокислоти, а також кислот
жирного ряду, алкілсульфонатів та алкіларилсуль-
фонатів, алкілсульфатів, лаурилефірсульфатів
та сульфатів спиртів жирного ряду, а також солі
сульфатованих гекса-, гепта- та октадеканолів або
глікольєфірів спирту жирного ряду, продукти кон-
денсації сульфонованого нафталіну та його похід-
них з формальдегідом, продукти конденсації наф-
таліну або, відповідно нафталінсульфокислот з
фенолом або формальдегідом, поліоксєтиленок-
тилфенольний ефір, етоксильований ізооктил-,
октил- або нонілфенол, алкілфенол- або трибути-

лфенілполігліколевий ефір, алкіларилполієфірні
спирти, ізотридециловий спирт, конденсати окису
етилену, спирту жирного ряду, етоксильована кас-
торова олія, поліоксєтиленалкіловий ефір або
поліоксипропілен, поліглікольєфірний ацетат лау-
рилових спиртів, складний ефір сорбіту, лігнінсу-
льфїтні відпрацьовані луги або метилцелюлоза
або їхні суміші.

При застосуванні поверхнево-активних речо-
вин частка в загальному складає від 0,5 до
50мас.%, у перерахунку на загальну вагу твердої
суміші.

В якості наповнювачів служать, наприклад, мі-
неральні землі, такі, як силікагель, кремнієві кис-
лоти, силікати, тальк, каолін, вапняк, вапно, крей-
да, болюс, льосс, глина, доломіт, діатомова земля,
сульфат кальцію, сульфат магнію, оксид магнію,
розмелені пластмаси, а також такі добрива, як
сульфати амонію, фосфати амонію, нітрати амо-
нію, сечовини та рослинні продукти, такі, як напри-
клад борошно зернових культур, борошно дерев-
ної кори, деревне борошно та борошно горіхової
шкарлупи, целюлозний порошок, атапульгіти, мон-
тморилоніти, слюда, вермикуліти, синтетичні кре-
мнієві кислоти та синтетичні силікати кальцію або
їхні суміші.

У якості інших додаткових речовин у звичай-
них кількостях можуть застосовуватися наступні:

Зв'язувальні, такі, як:

Полівінілпіролідон, полівініловий спирт, част-
ково гідролізований полівінілацетат, карбоксиме-
тилцелюлоза, крохмаль, сополімери вінілпіролідон-
у та вінілацетату та полівінілацетат або їхні
суміші.

антиспінювачі, такі, як:

силіконові емульсії, спирти з довгим ланцю-
гом, складні ефіри фосфорної кислоти, ацетилен-
діоли, кислоти жирного ряду або фторорганічні
сполуки,

та

комплексуютьовачі, такі, як:

солі етилендіамінтетраоцтової кислоти, солі
тринітрилотетраоцтової кислоти або солі поліфо-
сфорної кислоти або їхні суміші.

За способом по винаходу сульфонілсечовину
а) з необов'язково одним або декількома гербіци-
дами б) та необов'язково з один або декількома
допоміжними для препаративної форми речови-
нами в) суспендують у воді в суспензії, суспензію
доводять до значення рН від 6,5 до 8, шляхом до-
давання кислоти або основи та сушать з одержан-
ням препаративної форми.

Одержання суспензії здійснюють у ємності з
мішалкою за допомогою перемішування компонен-
тів та подрібнення у млині тонкого помелу.

Отриману суспензію доводять до значення рН
від 6,5 до 7,5 та особливо переважно, від 6,8 до
7,2, шляхом додавання кислоти або основи.

Придатними кислотами при цьому є органічні
та неорганічні кислоти, такі, як наприклад, сірчана
кислота, соляна кислота або п-
толуолсульфокислота.

Придатними основами можуть бути лужні або
лужноземельні гідроксиди, аміак та аміни. При
цьому перевага віддається NaOH.

З отриманої суспензії можуть бути отримані

тверді препаративні форми відповідно до різних способів.

Як кращий спосіб одержання препаративних форм можна назвати розпорошувальне сушіння або агломерація у псевдозрідженому шарі.

Особливо кращим є грануляція у псевдозрідженому шарі (WSG). У залежності від бажаної сполуки твердої препаративної форми суспензію, яка містить всі складові частини, розпорошують в апаратурі для грануляції у псевдозрідженому шарі та агломерують.

В загальному в процесі грануляції у псевдозрідженому шарі відбувається достатнє сушіння гранулята. Однак, може давати перевагу таке рішення, при якому після грануляції підключають окрему стадію сушіння в тієї ж або в окремій сушарці. Після грануляції/сушіння продукт охолоджують та просівають.

Як рідина для грануляції придатна вода. Далі придатні також і водні розчини неорганічних солей, неіоногенні поверхнево-активні речовини, аніонні поверхнево-активні речовини, розчини зв'язувальних, таких, як полівінілпіролідон, полівініловий спирт, карбоксиметилцелюлоза, крохмаль, сополімери вінілпіролідону та вінілацетату, цукор, декстрин або поліетиленгліколь.

Отримані способом по винаходу тверді препаративні форми можуть знаходитися у формі порошку, грануляту, брикетів, таблеток та подібних варіантів препаративних форм. Поряд з порошком особливо переважними є грануляти. У випадку порошків мова може йти про водорозчинні порошки або порошки, які здатні до диспергування у воді. У випадку гранулятів мова може йти про водорозчинні грануляти або грануляти, які здатні до диспергування у воді для застосування розприскуванням або ж про так званий гранулят, який розкидається для прямого застосування. Середня величина гранул лежить при цьому в межах від 200 мкм до 2 мм.

Отримані гранульовані препаративні форми не містять пилу, є продуктами, які вільно течуть, є не упакованими продуктами, які добре розчинні в холодній воді або добре в ній диспергують.

Внаслідок своїх властивостей продукти можуть легко бути упаковані у великих кількостях. Поряд з таким упакуванням, як мішки з пластмаси, папера та ламінату або пакети, вони можуть заповнюватися в ящики або інші великі контейнери. Для зручності праці користувача можливе упакування продукту у водорозчинні плівкові пакети, такі, як плівкові пакети з полівінілового спирту, які можуть безпосередньо завантажуватися в баки для обприскування і там розчиняються. Як такі водорозчинні плівки можуть застосовуватися, серед іншого, полівінілові спирти або похідні целюлози, такі, як наприклад, метилцелюлоза, метилгідроксипропілцелюлоза або карбоксиметилцелюлоза. Завдяки розподілу на порції в придатних для застосування кількостях користувач не входить у контакт із продуктом. Переважно водорозчинні пакети упаковують у паронепроникну оболонку, таку, як поліетиленову плівку, папір, якій ламінований поліетиленом або алюмінієву фольгу.

Отримані способом по винаходу препаративні

форми є стабільними при збереженні. Відповідно до тестів, які рекомендуються відомствами по допуску, збереження проводили протягом 14 днів при 54°C. Зниження вмісту діючої речовини можна визначити, наприклад у відношенні тритосульфурона, по підвищенню вмісту продукту розпаду 2-аміно-4-метокси-6-трифторметилтріазину (AMTT), який може точно визначатися. Нижченаведена таблиця пояснює застосовувані в прикладах компоненти.

Таблиця 1

Назва	Хіміч. позначення	Джерело одержання
Tamol®NH	Конденсат нафталінсульфокислоти та формальдегіду	БАСФ АГ
Ufoxane®3A	Лігнінсульфонат натрію	Боррегарт
Антиспінювач SRE®	Силіконова масляна емульсія	Вакель-Хемі
Reax® 88 A	Лігнінсульфонат натрію	Вествако

Приклади проведення способу

Приклад 1

Суміш, яка складається з

1100г дистильованої води

7,6г антиспінювача SRE

212,5г Reax 88 A

653г техніч. тритосульфурону

перемішують та подрібнюють у млині тонкого помелу. Отриману суспензію водним натрієвим щолоком (25%) встановлюють на бажане значення рН у 5,1, 6, 7, 8 та 9. Після цього суспензію подають у чашку Петрі й у вакуумній шафі сушать при температурі 70°C. Сухий шар шкребок видаляють з чашки Петрі та пропускають через сито з 0,5мм. Тонкі частки відокремлюють ситом з 0,1мм. Отриманий продукт перевіряють на стабільність діючої речовини.

Приклад 2

Суміш, яка складається з

203,2г техніч. тритосульфурону

122,3г техніч. флукарбазон натрію

4г антиспінювача SRE

55,1г Tamol NH

110,2г Ufoxane 3A

650 г дистильованої води

перемішують та подрібнюють у млині тонкого помелу. Отриману суспензію водним натрієвим щолоком (25%) встановлюють на значення рН у 6,5 та 7,0. Після цього суспензію подають у чашку Петрі та у вакуумній шафі сушать при температурі 70°C. Сухий шар зішкрябають шкребок з чашки Петрі та продавлюють через сито з 0,5мм. Тонкі частки відокремлюють за допомогою сита з 0,1мм. Отриманий продукт перевіряють на стабільність діючої речовини.

Приклад 3

Суміш, яка складається з

101,6г тритосульфурону

528,6г техніч. дикамбу

6,4г антиспінювача SRE

102,7г Reax 88A

637,9г дистильованої води

перемішують у ємності з мішалкою. Спочатку подають воду та потім Reax 88A і вводять дикамбу. Подачу водного натрієвого щолока (25%) дикамбу переводять у розчин. Після цього домі-

шують інші компоненти та суспензію подрібнюють у млині тонкого помелу.

Отриману суспензію водним натрієвим щолоком (25%) встановлюють на значення рН у 6, 7, 8 та 9. Після цього суспензію подають у чашку Петрі й у вакуумній шафі сушать при температурі 70°C. Сухий шар зішкрібають шкребок з чашки Петрі та продавляють через сито з 0,5мм. Тонкі частки відокремлюють за допомогою сита з 0,2мм. Отриманий продукт перевіряють на стабільність діючої речовини.

Методи досліджень

Вміст діючої речовини та вміст 2-аміно-4-метокси-6-трифторметилтріазину (АМТТ) препара-

тивних форм визначають кількісно за допомогою HPLC. Для дослідження стабільності при збереженні проби кожної препаративної форми по прикладах 1-3 поміщають на 14 днів у щільно закриту ємність при 54°C. Після цього проби перевіряють та порівнюють з опорними значеннями на початку збереження (нульовими значеннями). Вміст діючої речовини дається як відносна частка в перерахунку на нульове значення (у відсотках). Досліди по збереженню проводять спираючись на методи СІРАС МТ 46. При цьому стабільність при збереженні продукту оцінюють за допомогою короткочасного збереження при підвищеній температурі.

Таблиця 2

Приклад 1	Одержання		Збереження	Зауваження
РН суспензія	Діючі речовини	концентр. мас. %	14дн, 54°C, мас. %	
5,1	третосульфурон АМТТ	74,2 0,03	99,3 (відн.) 0,249	
6	третосульфурон АМТТ	72,3 0,03	99,9 (відн.) 0,250	
7	третосульфурон АМТТ	71,7 0,033	100,8 (відн.) 0,178	
8	третосульфурон АМТТ	67,5 0,026	100,5 (відн.) 0,056	суспензія високов'язка
9	третосульфурон АМТТ	72,4 0,035	97,7 (відн.) 0,234	суспензія високов'язка

АМТТ - 2-аміно-4-метокси-6-трифторметилтріазин

Таблиця 3

Приклад 3	Одержання		Збереження	Зауваження
РН суспензія	Діючі речовини	Конц. мас. %	14 дн, 54°C мас. %	
6,5	третосульфурон	40,5	98,8 (відн.)	
	АМТТ	0,025	0,164	
	флукарбазон-натрій	24,1	98,8 (відн.)	
7,0	третосульфурон	41,1	100(відн.)	
	АМТТ	0,019	0,065	
	флукарбазон-натрій	24,3	99,5 (відн.)	

Таблиця 4

Приклад 4	Одержання		Збереження	Примітки
РН суспензія	Діючі речовини	Конц. мас. %	14дн, 54°C мас. %	
6	третосульфурон	11,9	91,3 (відн.)	
	АМТТ	0,009	0,470	
	дикамба	60,4	100 (відн.)	
7	третосульфурон	11,9	99,7 (відн.)	
	АМТТ	0,007	0,011	
	дикамба	58,7	100 (відн.)	
8	третосульфурон	11,3	98,8 (відн.)	
	АМТТ	0,007	0,007	суспензія стає високов'язкою
	дикамба	58,5	100 (відн.)	
9	третосульфурон	10,4	102,6 (відн.)	
	АМТТ	0,006	0,007	суспензія стає високов'язкою
	дикамба	58,0	101,9 (відн.)	

АМТТ - 2-аміно-4-метокси-6-трифторметилтріазин

Значення з таблиць від 2 до 4 чітко показують, що отримані способом по винаходу препаративні форми є стабільними при збереженні, якщо зна-

чення рН суспензії складає більш 6. Починаючи від значення рН 8 суспензія стає високов'язкою, настільки що це ускладнює подальшу переробку.