

Даний винахід загалом відноситься до області гербіцидних хімічних композицій. Зокрема, даний винахід відноситься до нових композицій відомої гербіцидної сполуки, а саме, кломазону, призначеним для зниження специфічної, характерної леткості кломазону, тим самим знижуючи ризик небажаної гербіцидної активності при використанні кломазону.

Кломазон (2-[(2-хлорфеніл)метил-](4,4-диметил-3-ізоксазо-лідінон) являє собою добре відомий гербіцид, що промислово виготовляється для контролю (придушення) багатьох широколистих і більшої частини трав'янистих бур'янових рослин; було встановлено, що він володіє селективними характеристиками, що робить його особливо корисним для контролю бур'янів при вирощуванні сої, бавовни, цукрової тростини, рису, тютюну, олійного рапсу, овочів і т. п. Кломазон може бути фітотоксичним для деяких нецільових культур і дикорослих видів рослин при використанні для контролю небажаної рослинності. Контакт кломазону з не призначеними для цього культурами є результатом перенесення парів кломазону на чутливі, зростаючі на сусідніх ділянках.

Незважаючи на те, що кломазон може продаватися і продається з відповідними інструкціями, що попереджають про його вплив на чутливі культури, заходи з подальшого зниження впливу кломазону на нецільові культури без істотного зниження його гербіцидної активності проти бур'янів значно розширюють застосовність кломазону, що, в свою чергу, приведе до зниження загальних витрат.

Існують інші мікроінкапсульовані складки кломазону, призначені для зниження леткості даного гербіциду. Див., наприклад, патенти США 5597780, 5583090 і 5783520. На жаль, вказані складки не забезпечують оптимальної гербіцидної ефективності в порівнянні з концентратом кломазону, що емульгується, з концентрацією 4 фунти/галон (1,814кг/3,785л) (4,0 ЕС), який випускається промисловістю. З урахуванням промислової цінності кломазону, існує потреба в поліпшених складах.

Даний винахід передбачає гербіцидні складки, що включають мікрокапсули, суспендовані у водному рідкому середовищі, при цьому мікрокапсули складаються з пористої полімерної стінки, кломазону і жиру або смоли. Різні варіанти здійснення даного винаходу передбачають відповідні концентрації жиру при відсутності смоли, або смоли при відсутності жиру, або як жиру, так і смоли. При його наявності, щонайменше, 95% жиру переважно представляють насичений жир. Даний винахід також передбачає вказані складки, в яких пориста полімерна стінка частково є продуктом реакції смоли і поліізоціанату. Такі складки призначені для нанесення кломазону на небажану рослинність, що виростає при культивуванні різних видів рослин, особливо сільськогосподарських культур, при цьому зводячи до мінімуму нецільове перенесення парів гербіциду. Відповідно, варіанти здійснення даного винаходу передбачають достатню гербіцидну ефективність по відношенню до небажаної рослинності і при цьому усувають вищезгадані проблеми, які виникають при використанні складів кломазону, що є у наявності в цей час.

Перший варіант здійснення даного винаходу передбачає водну дисперсію мікрокапсул, що містять гербіцидно ефективну кількість кломазону в присутності високонасиченого жиру з мірою насиченості, що складає, щонайменше, близько 95%.

Другий варіант здійснення даного винаходу передбачає складки, що містять гербіцидно ефективну кількість кломазону, в яких мікрокапсула, що утворюється, частково є продуктом реакції смоли співполімеру стирол-малеїнового ангідриду і поліфункціонального поліізоціанату.

Третій варіант здійснення даного винаходу передбачає складки, що містять гербіцидно ефективну кількість кломазону в присутності високонасиченого жиру з мірою насиченості, що складає, щонайменше, близько 95%, в яких мікрокапсула, що утворюється, частково є продуктом реакції смоли співполімеру стирол-малеїнового ангідриду і поліфункціонального поліізоціанату.

У складах, що містять жир, останній має міру насиченості, що складає, щонайменше, близько 98%. Приклади таких жирів включають, без обмежень, віск, нирковий жир, напівтвердий або твердий жир. Герметизуючою речовиною є пористий конденсатний полімер полісечовини, поліаміду або співполімер амід-сечовини. Щоб забезпечити прийнятний контроль леткості без небажаного зниження гербіцидної ефективності, процентний вміст полімеру, що включає мікрокапсули, варіюють приблизно від 5 до 35%мас, переважно приблизно від 10 до 25%мас. Процентний вміст високонасиченого жиру інкапсульованого матеріалу також варіюють приблизно від 0,5 до 12%мас. від органічної фази, переважно приблизно від 1 до 8%мас, більш переважно приблизно від 2 до 6%мас.

Мікрокапсули відповідно до даного винаходу забезпечують зниження леткості приблизно на 20-90% в порівнянні з кломазоном, який отримується з концентрату, що емульгується і промислово виготовляється. Мікрокапсули відповідно до даного винаходу також забезпечують підвищену гербіцидну активність проти певних видів бур'янів, що приблизно в один-чотири рази перевищує гербіцидну активність відомих складів мікрокапсул кломазону, що також випускаються промисловістю. Таким чином, здійснення даного винаходу, крім іншого, забезпечує застосування кломазону у відповідному локусі для контролю бур'янів в культурах, усуваючи або істотно знижуючи ризик пошкодження кломазоном видів рослин, які виростають на прилеглих до нього ділянках, без необхідності такого, що дорого коштує, і тривалого попереднього введення його в рослину або спеціальних процедур застосування.

Визначення «приблизно, близько» в даному описі означають, що певні переважні робочі інтервали, такі як інтервали молярних співвідношень реагентів, кількості матеріалів і температури, визначені не жорстко. Значення часто очевидні для рядового фахівця в даній області. Наприклад, позначення температурного інтервалу, що складає приблизно від 120 до 135°C, відносно, наприклад, інтервал температур для хімічної реакції включає температури, які, як очікується, сприяють даній реакції, такі як 105 або 150°C. При відсутності вказівок досвідчених фахівців і ясних висновків з контексту і більш конкретної вказівки «приблизний» інтервал не повинен більш ніж на 10% перевищувати абсолютну величину кінцевого значення або вказаного інтервалу, в залежності від того, яка величина менше.

Термін «кімнатна температура» відноситься до температури в інтервалі приблизно від 20 до 30°C. У даному описі терміни «культура» або «культури», «рослина» або «рослини» означають одне і те ж і відносяться до представляючих інтерес рослин або рослинних продуктів, що отримуються з них, що вирощуються для оздоблення, промислових або харчових цілей. Терміни «бур'ян» або «рослинність» означають одне і те ж і відносяться до небажаної рослини або рослин, зростаючої на тому ж місці або таким чином, що завдають шкоди рослині або рослинам, що представляють інтерес. Термін «нирковий жир» відноситься до твердого жиру, наприклад, такому, який оточує нирки корів і баранів або тварин, з яких отримують твердий жир, сало. Термін «сало» відноситься до жиру, що витоплюється з вказаних тварин. Термін «лярд» відноситься до м'якого, твердого або напівтвердого жиру, що отримується витоплюванням жирової тканини свиней. Термін «CS» або «склад CS» відноситься до складу суспензії кломазону мікрокапсули або капсули. Наприклад, термін «3,0 CS» або «склад 3,0 CS» відноситься до складу суспензії кломазону мікрокапсули або капсули, що містить 3,0 фунтів кломазону/галон (1/361кг кломазону/3,785л) готового складу. Термін «смола» відноситься до хімічного полімеру з молекулярною вагою, що складає приблизно від 100000 до 400000. Термін «поперечне зшивання» відноситься до хімічного скріплення між двома сусідніми полімерними ланками.

Відповідно до першого варіанту здійснення даного винаходу складу кломазону включають водну суспензію мікрокапсул, що містять кломазон в поєднанні з високонасиченим жиром, що має міру насиченості, яка складає, щонайменше, близько 95%.

Другий варіант здійснення даного винаходу передбачає складу кломазону, в яких капсула, що утворюється, частково є продуктом реакції відповідної смоли і поліфункціонального поліізоціанату, при цьому відповідно вважається смола, діюча на поліізоціанат як емульгатор і поперечно-зшиваючий агент. Подібні переважні смоли включають продукти співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду.

Третій варіант здійснення даного винаходу передбачає складу кломазону в присутності високонасиченого жиру з мірою насиченості, що складає, щонайменше, близько 95%, при цьому мікрокапсула, що утворюється, частково є продуктом реакції відповідної смоли і поліфункціонального поліізоціанату, що має вищезгадані функції.

Високонасиченим жиром, який може бути використаний відповідно до даного винаходу, є такий жир, в якому, щонайменше, близько 95% зв'язків вуглець-вуглець, що містяться в ньому, є простими зв'язками, переважним високонасиченим жиром є жир, що має, щонайменше, близько 98% простих зв'язків вуглець-вуглець; більш переважним високонасиченим жиром є жир, що має, щонайменше, близько 99% простих зв'язків вуглець-вуглець. Переважними високонасиченими жирами звичайно є тваринні жири, такі як, не обмежуючись ними: баранячий нирковий жир, свиний лярд або яловиче сало, або їх поєднання або підфракції. Такі високонасичені жири необов'язково мають тваринне походження. Наприклад, віск рослинного, синтетичного, а також тваринного походження також може бути використаний відповідно до даного винаходу, якщо тільки вибраний віск має вищезгадані високі міри насиченості.

Незважаючи на те, що роль жиру, що застосовується в даному винаході, повністю не ясна, висока міра насиченості жиру, що застосовується в даному винаході, приблизно, крім зниження природної леткості кломазону, також знижує рівень небажаних і шкідливих реакцій, які, ймовірно, відбуваються між менш насиченими розчинниками або жирами і компонентами стінки мікрокапсули. Такі небажані і шкідливі реакції, звані «нестійкими реакціями», мають тенденцію до руйнування структури стінок, утворюючи нитки, викликаючи тим самим необхідність проведення додаткової стадії фільтрації в існуючих схемах отримання кломазону. Загалом, жир, що застосовується відповідно до даного винаходу, є твердим при кімнатній температурі, але розчиняється в присутності кломазону, що являє собою рідину. Відповідно, кломазон діє як розчинник жиру, укладеного в мікрокапсули відповідно до даного винаходу.

Високонасичений жир, що застосовується відповідно до даного винаходу, переважно складає приблизно від 0,5 до 12%мас. від розчину, що міститься в мікрокапсулі, частину, що залишилася, складає кломазон і, необов'язково, інші реагенти, що додаються з метою загуснення і стабілізації складу. Розчин кломазону і високонасиченого жиру переважно включає приблизно від 1 до 8%мас. високонасиченого жиру, більш переважно приблизно від 2 до 6%.

Інкапсулюючі стінки мікрокапсул виготовляють з пористого полімеру, такого як полісечовина, поліамід, полісульфонамід, поліефір, полікарбонат або поліуретан, при цьому вказані стінки складають приблизно від 5 до 35% від маси кожної мікрокапсули. Стінки мікрокапсули переважно складають приблизно від 10 до 25%мас. від мікрокапсули.

Відповідно до переважного варіанту здійснення даного винаходу препарат мікрокапсули включає водну фазу, що включає розчин, який містить відповідний емульгатор і, необов'язково, стабілізатор, що переважно являє собою протиспінюючий агент, а також, необов'язково, бактерицидну добавку. Емульгатор переважно вибирають з групи солей лігносульфонові кислоти, наприклад, її натрієва, калієва, магнієва і кальцієва солі. Особливо ефективною є натрієва сіль лігносульфонові кислоти, звана в даному описі лігносульфонатним емульгатором або поверхово-активною речовиною. Органічна фаза включає розчин кломазону, необов'язково, органічний розчинник, високонасичений жир і поліфункціональний поліізоціанат, що додається до композиції з води, лігносульфонатної поверхово-активної речовини і, необов'язково, протиспінюючої добавки. Переважні органічні розчинники вибирають, без обмежень, серед ароматичних вуглеводневих розчинників з температурою спалаху, що знаходиться в інтервалі приблизно від 90 до 250°C, вуглеводневих C<sub>15</sub>-C<sub>16</sub> сумішей, C<sub>14</sub>-C<sub>16</sub> алкілдіфенілових сумішей, складного ароматичного ефіру, рослинних олій, таких як кукурудзяна, соєва, соєва салатна і гідрована олія; очищених легких парафінових дистилатів, масел нафтової переробки, а також їх сумішей і підфракцій. Особливо переважні розчинники вибирають з ароматичних вуглеводневих розчинників з температурою спалаху в інтервалі приблизно від

90 до 250°C. Більш переважним розчинником є суміш C<sub>9</sub>-C<sub>15</sub> ароматичних вуглеводнів з температурою спалаху, що складає близько 95°C. Високонасичені жири переважно вибирають з тваринних жирів, що включають нирковий жир, лярд і сало. Особливо переважним жиром є лярд. Отриману суміш добре перемішують у відповідних умовах, добре відомих фахівцям в даній області, отримуючи гомогенну дисперсію невеликих крапельок кломазону і жирового розчину всередині водної фази.

Після цього, відповідно до переважної схеми додають поліфункціональний амін, при цьому перемішування продовжують доти, поки поліфункціональний амін по суті повністю не прореагує з поліфункціональним ізоціанатом. Поліфункціональний ізоціанат і поліфункціональний амін взаємодіють в присутності поверхово-активної речовини при правильному перемішуванні і реакційних умовах, утворюючи мікрокапсули зі стінками з полісечовини, що інкапсулюють кломазон, необов'язковий розчинник і жировий розчин.

Відповідно до іншого варіанту здійснення даного винаходу препарат мікрокапсули включає водну фазу, що включає розчин, який містить відповідний емульгатор/поперечно-зшиваючу смолу, необов'язковий стабілізатор у вигляді протипінної добавки, і необов'язкову бактерицидну добавку. Емульгатор/поперечно-зшиваючу смолу переважно отримують з продукту співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду або з продукту співполімеризації стиролу, малеїнового ангідриду і спирту. Внаслідок співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду отримують не етерифікований або ангідридний співполімер. При проведенні співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду зі спиртом кільця малеїнового ангідриду відкриваються, утворюючи співполімер, що являє собою напівкислоту і напівефір відповідного спирту, що використовується в реакції полімеризації. Такі спирти включають, не обмежуючись ними, нижчі C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> алкілові спирти з прямолінійним або розгалуженим ланцюгом. Співполімери ангідриду і співполімери, що складаються з напівкислоти/напівефіру, далі піддають взаємодії з гідроокисами, такими як гідроокиси амонію, натрію, калію, магнію, кальцію і т. п., отримуючи вищезгадані смоли у вигляді водорозчинних солей. Взаємодія вищезгаданих окисів з ангідридним співполімером викликає розкриття кілець малеїнового ангідриду і отримання подвійної солі, наприклад, динатрієвої або дикалієвої солі. Якщо співполімер ангідриду піддають взаємодії, наприклад, з гідроокисом амонію, то кільця малеїнового ангідриду відкриваються, утворюючи при цьому сіль аміду/амонію. Відповідно до даного винаходу емульгатор/поперечно-зшиваючу смолу переважно вибирають з солей гідроокисів амонію, натрію, калію, магнію і кальцію; безводного продукту співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду; а також солей гідроокисів амонію, натрію, калію, магнію і кальцію продукту співполімеризації напівкислоти/напівефіру стиролу і малеїнового ангідриду. Особливо переважними смолами є солі гідроокисів амонію і натрію безводного продукту співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду, найбільш переважною є сіль гідроокису амонію.

Органічну фазу або розчин кломазону, органічний розчинник і поліфункціональний поліізоціанат додають до композиції з води, емульгатора, поперечно-зшиваючої смоли, необов'язково, протипінної добавки і, необов'язково, бактерицидної добавки. Отриману суміш добре перемішують у відповідних умовах, отримуючи гомогенну дисперсію невеликих крапельок кломазону і органічного розчинника всередині водної фази. Після цього додають поліфункціональний амін, при цьому перемішування продовжують доти, поки не завершиться утворення мікрокапсули, що має стінки з полісечовини, які інкапсулюють кломазон. Під час реакції поліфункціонального аміну з поліфункціональним ізоціанатом відбувається поперечне зшивання смоли. Наприклад, фрагменти солі аміду/амонію, солі гідроокису амонію, безводного продукту співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду утворюють поперечні зв'язки з поліфункціональним ізоціанатом під час реакції з утворення мікрокапсули і стають частиною пористої полімерної інкапсулюючої стінки. Вважають, що введення емульгатора/поперечно-зшиваючої смоли в інкапсулюючі стінки вищеописаним способом сприяє довготривалій фізичній стабільності складу, оскільки емульгатор стає частиною мікрокапсули і не може бути фізично видалений, наприклад, впливом елементів.

Відповідно до третього варіанту здійснення даного винаходу препарат мікрокапсули включає водну фазу або розчин, що містить емульгатор/поперечно-зшиваючу смолу, як описано вище, необов'язково, стабілізатор у вигляді протиспінюючої добавки і, необов'язково, бактерицидну добавку. Органічну фазу або розчин кломазону, високонасичений жир, органічний розчинник і поліфункціональний поліізоціанат додають до композиції з води, емульгатора/поперечно-зшиваючої смоли, необов'язково, протипінної добавки і, необов'язково, бактерицидної добавки. Отриману суміш добре перемішують у відповідних умовах, отримуючи гомогенну дисперсію невеликих крапельок кломазону, жиру і органічного розчинника всередині водної фази. Після цього при перемішуванні додають поліфункціональний амін, при цьому відбувається поперечне зшивання смоли з поліфункціональним поліізоціанатом, як описано вище.

Швидкість полімеризації залежить від умов реакції, що застосовуються. Швидкість полімеризації звичайно безпосередньо пов'язана з температурою, при якій відбувається реакція.

Процес інкапсулювання відповідно до даного винаходу може задовільно протікати, приводячи до отримання інкапсульованого матеріалу, без встановлення конкретної величини рН. Однак з метою поліпшення стабільності рН готових мікроінкапсульованих складів найкраще підтримувати в інтервалі, що складає приблизно від 5,0 до 8,0, переважно приблизно від 6,0 до 7,5, більш переважно приблизно від 6,5 до 7,2. Може виникнути необхідність додаткового регулювання рН готового складу мікрокапсули, наприклад, при сполученні складу мікрокапсул на водній основі з іншими гербіцидами, добривами і т. д.; для регулювання рН можуть бути використані відомі і відповідні реактиви. Такі реактиви включають соляну, оцтову, фосфорну кислоти, гідроокиси натрію, калію, амонію і т. п.

Перемішування, що застосовується для отримання дисперсії фази крапельок, що не змішуються з

водою, у водній фазі під час отримання складу відповідно до даного винаходу, може бути забезпечене будь-якими засобами, здатними створювати відповідні великі зусилля зсуву. Тобто будь-який змінний змішувачий пристрій зі зсувними зусиллями, наприклад, змішувач Waring, гомогенізатор Brinkman Polytron, гомогенізатор 100L Ross Model і т.п. може бути успішно використано для досягнення бажаних зсувних зусиль.

Конкретний розмір мікрокапсул при отриманні складів композиції відповідно до даного винаходу звичайно варіюється приблизно від одного мікрона до ста мікрон в середньому діаметрі. Переважний середній інтервал складає приблизно від одного до двадцяти мікрон, а більш переважний середній інтервал складає приблизно від восьми до чотирнадцяти мікрон.

У складі можуть бути використані солі та інші сполуки. Солі та інші сполуки здатні: 1) діяти як антифризи; 2) збільшувати іонну силу; і 3) діяти як загусники у водній фазі. Приклади таких солей включають, не обмежуючись ними: хлорид кальцію, нітрат натрію, а також їх поєднання. Інші сполуки включають, наприклад, сечовину, діючу як антифриз при введенні в складі відповідно до даного винаходу.

Мікрокапсули кломазону, що описуються тут, переважно суспендують у водному середовищі, що переважно включає реагенти, які запобігають осадженню мікрокапсул. Вказані реагенти, створюючи композицію суспензійної системи, переважно включають поєднання агентів, таких як поверхово-активні речовини, диспергатори, емульгатори, речовини, понижуючі температуру замерзання, глини, вода, солі, полімери та інші стабілізуючі суспензію і регулюючі щільність агенти, відповідним чином підібрані, щоб підтримувати мікрокапсули в стійкій гомогенній суспензії в носії з водною основою протягом тривалого періоду часу, наприклад, два роки і більш.

Агенти, що включають суспензійну систему, звичайно складають від 0,01%мас. до 15%мас. від складу, переважно від 1 до 15%, більш переважно від 2 до 10%мас.

Можуть бути використані різні агенти такого роду, при цьому оптимальне поєднання для кожної конкретної суспензійної системи активного інгредієнта варіюється. Відповідні глини включають бентоніт і атапульгіт, а також їх суміші, переважно в інтервалі приблизно від 0,01 до 1,0%мас. твердих речовин, відносно загальної маси складу, хоч їх вміст може бути більшим або меншим. Присутність, щонайменше, одного вигляду глини, що звичайно застосовується в суспензійних системах, поліпшує стабільність суспендованих мікрокапсул і особливо сприяє їх перерозподілу при струшуванні в тому випадку, якщо відбувається деяке осадження мікрокапсул і потрібний їх перерозподіл.

Інша переважна суспензійна система також включає невелику кількість полісахаридного загусника, сприяючого стабілізації суспензії мікрокапсул. Переважною є ксантанова смола, перевалено присутня в кількості, що складає приблизно від 0,01%мас. до 0,1%мас, хоч їх вміст може бути більшим або меншим.

В'язкість кінцевого продукту, що включає суспензійну систему мікрокапсул відповідно до даного винаходу, переважно знаходиться в інтервалі, що складає приблизно від 100 до 4000 сантипуаз (сП), більш переважно в інтервалі приблизно від 400 до 3000 сантипуаз, і найбільш переважно приблизно від 600 до 2000 сантипуаз.

У переважному кінцевому продукті присутні приблизно від 100 до 750г мікрокапсул (полімер плюс інкапсульований матеріал) на літр композиції, більш переважно приблизно від 400 до 600г мікрокапсул на літр. Інкапсульуючий полімер в кінцевому інкапсульованому продукті звичайно присутній в інтервалі, що складає приблизно від 0,2 до 12%мас, переважно приблизно від 2 до 9%мас.

У рамках даного винаходу під поліізоціанатами звичайно мають на увазі сполуки, що містять в своїй молекулі дві і більше ізоціанатних груп. Переважними ізоціанатами є ді- і триізоціанати, ізоціанатні групи яких можуть бути пов'язані з аліфатичним або ароматичним залишком. Приклади відповідних аліфатичних діізоціанатів і аліфатичних триізоціанатів включають діізоціанати тетраметилену, пентаметилену, гексаметилену і 4-(ізоціанатометил)-1,8-октилу. Відповідні ароматичні ізоціанати включають діізоціанат толуолу (TDI: DESMODUR зареєстрований товарний знак VL, Bayer), поліфенілізоціанат поліметилену (MONDUR зареєстрований товарний знак TM MR, Miles Chemical Company); PAPI Registered TM 135 (Uprjohn Company), триізоціанат 2,4,4'-дифенілового ефіру, діізоціанат 3,3'-диметил-4,4'-дифенілу, діізоціанат 3,3'-диметокси-4,4'-дифенілу, діізоціанат 1,5-нафталіну і триізоціанат 4,4',4'-трифенілметану. Відповідним діізоціанатом є діізоціанат ізофору. Також відповідними є продукти приєднання діізоціанатів з багатоатомними спиртами, такими як етиленгліколь, гліцерин і триметилпропан, що отримується приєднанням, при цьому на моль багатоатомного спирту, кількість молей діізоціанату відповідає кількості гідроксильних груп відповідного спирту. Таким чином, декілька молекул діізоціанату являють собою уретанові групи, сполучені з багатоатомним спиртом, утворюючи високомолекулярні поліізоціанати.

Інший відповідний продукт такого роду (DESMODUR Registered TM L) може бути отриманий взаємодією трьох молей діізоціанату толуолу з одним молем 2-етилгліцерину (1,1-бісметилпропан). Подальші відповідні продукти отримують приєднанням діізоціанату гексаметилену або діізоціанату ізофору з етиленгліколем або гліцерином. Переважними поліізоціанатами є дифенілметан-4,4'-діізоціанат і поліфенілізоціанат поліметилену. Вищезгадані ді- і триізоціанати можуть застосовуватися окремо або у вигляді сумішей двох і більш таких ізоціанатів.

Під відповідними поліамінами в рамках даного винаходу мають на увазі загалом сполуки, що містять в своїй молекулі дві або більше первинні аміногрупи, при цьому вказані аміногрупи можуть бути пов'язані з аліфатичними і ароматичними залишками. Прикладами відповідних аліфатичних поліамінів служать альфа, омега-діаміни, що включають, без обмежень, етилендіамін, пропілен-1,3-діамін, тетраметилендіамін, пентаметилендіамін і 1,6-гексаметилендіамін. Переважним діаміном є 1,6-гексам етилендіамін.

Подальшими відповідними аліфатичними поліамінами є поліетиленаміни, включаючи, без обмежень, діетилентриамін, триетилентриамін, тетраетилентриамін, пентаетилентриамін, гексаетилентриамін.

Прикладами відповідних ароматичних поліамінів служать 1,3-фенілендіамін, 2,4-толуїлендіамін, 4,4'-діамінодифенілметан, 1,5-діамінонафталін, 1,3,5-триамінобензол, 2,4,6-триамінотолуол, 1,3,6-триамінонафталін, 2,4,4'-триамінодифеніловий ефір, 3,4,5-триаміно-1,2,4-триазол, біс(гексаметилентриамін) і 1,4,5,8-тетрааміноантрахінон. Поліаміни, нерозчинні або погано розчинні у воді, можуть бути використані у вигляді хлористоводневих солей.

Також відповідними поліамінами є поліаміни, що містять, крім аміногруп, сульфо- або карбоксильні групи. Прикладами таких поліамінів служать 1,4-фенілен діамінсульфонова кислота, 4,4'-діаміно-дифеніл-2-сульфонова кислота або діаміноамокарбонові кислоти, така як орнітин і лізин.

Відповідні рідкі добрива можуть бути змішані з складами, що описуються тут, без утворення неприйнятної кількості агрегатів в баку для розбризкування, допомагаючи таким чином уникнути ускладнення при розбризкуванні. Рідкі добрива, що застосовуються в сумішах відповідно до даного винаходу, можуть являти собою рідкі азотні добрива, що не обов'язково містять фосфат і/або поташ. Рідкі добрива звичайно позначають у вигляді співвідношення% мас. азоту, фосфору і калію (N-P-K), наприклад, 4-10-10, 6-18-18 або 10-30-30.

У склад мікрокапсул відповідно до даного винаходу може входити, щонайменше, ще один активний інгредієнт. Таким додатковим активним інгредієнтом можуть служити інші пестициди, такі як гербіциди і інсектициди. Приклади таких гербіцидів включають диметаклор, аметрин, пендиметалін і трифлуралін. Приклади таких інсектицидів включають біфентрин, перметрин, циперметрин, а також органічні фосфати.

Нижченаведені приклади служать для кращої ілюстрації і більш докладного пояснення даного винаходу; якщо не вказано інакше, то частини і процентні величини приведені з розрахунку на вагу. Мається на увазі, що приклади всього лише ілюструють, а не обмежують даний винахід.

#### Приклад I

Даний приклад ілюструє отримання водної суспензії мікроінкапсульованого кломазону в розчині з високонасиченим жиром.

Отримання складу кломазону 3,0 CS, що містить тваринний жир

Заздалегідь змішану водну фазу, що складається з 10,00г натрієвої солі лігносульфонової кислоти (диспергатор - Lignosol SFX65, від Lignotech; Rothchild., WI) і семи крапель 100% полідиметилсилоксану (протипісняюча добавка - Dow Corning 1520US від Ashland Chemical; Cleveland, OH) в 500,0г води вміщують в 1000-мл мензурку. Водну фазу гомогенізують з високою швидкістю (близько 6000об/хв) протягом 60 секунд в змішувачі Brinkman Polytron PT6000 і додають до неї заздалегідь змішану органічну фазу, що складається з 20,0г тваринного жиру (розчинник - лярд від Armour; Dallas, TX), 70,0г ізоціанату поліметиленполіфенілу (стілкоутворюючий матеріал - PAPI 27 від Dow Chemical; Midland, MI), 20,0г розчинника, що складається з суміші C<sub>9</sub>-C<sub>15</sub> ароматичних вуглеводнів з температурою спалаху, що складає близько 95°C (розчинник на основі нафти - Aromatic 200 від Exxon; Houston, TX), і 350,0 г кломазону (91% активного інгредієнту).

Закінчивши додавання, високошвидкісне змішування продовжують протягом близько 120 хвилин, потім при середньому перемішуванні у водну/органічну емульсію швидко інjektують 50,0г 1,6-гексаметилендіаміну (полімеризатор - водна 70% HMDA від DuPont; Wilmington, DE) в 50,0г води. Продовжуючи перемішування, температуру отриманим таким чином складу суспензії мікрокапсул доводять приблизно до 60°C протягом 30 хвилин і підтримують на такому рівні протягом приблизно двох годин. Після цього склад охолоджують до кімнатної температури і додають до нього 50,0г хлориду кальцію, 47,50г нітрату натрію (загусники від Aldrich, Milwaukee, WI) і 20,0г водного 2% розчину ксантанової смоли (загусник - Kelzan S від Keico; Chicago, IL) для поліпшення суспендування мікрокапсул у воді. Розмір часток: 10,4 мікрон (90%), в'язкість: 320 сантипуаз, pH: 7,0.

#### Приклад II

Даний приклад ілюструє отримання водної суспензії мікроінкапсульованого кломазону, при якому мікрокапсули частково утворюються з продукту реакції амід/амонієвої солі безводного продукту співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду і поліфункціонального поліізоціанату.

Отримання складу кломазону 3,0 CS, що містить співполімер смоли

Заздалегідь змішану водну фазу, що складається з 5,0г водного 25% розчину амід/амонієвої солі співполімеру стирол-малеїнового ангідриду (емульгатор/зшиваючий агент - Scripset 720 від Solutia, Springfield, MA), 1,0г 100% полідиметилсилоксану (протипісна добавка - Dow Corning 1520US від Ashland Chemical; Cleveland, OH) і 0,36г кислого 1,15% розчину суміші 2-метил-4-ізотіазолін-3-онів (інгібітор зростання мікробів - Legend MK від Rohm and Haas; Ambler, PA) приблизно в 195,1г води вміщують в 1000-мл ємність. Водну фазу гомогенізують з високою швидкістю (близько 7000об/хв) протягом 10 секунд в змішувачі Brinkmann Polytron PT6000/ і при кімнатній температурі додають заздалегідь змішану органічну фазу, що складається з 210,0г технічного кломазону (90% активного інгредієнту), 42,0г поліметилен-поліфенілу ізоціанату (стілкоутворюючий матеріал - PAPI 27 від Dow Chemical; Midland, MI) і 24,0г розчинника, що складається з суміші C<sub>9</sub>-C<sub>15</sub> ароматичних вуглеводнів з температурою спалаху, що складає близько 95°C (розчинник на основі нафти - Aromatic 200 від Exxon; Houston, TX). Закінчивши додавання, високошвидкісне змішування продовжують протягом близько 10 секунд, а потім при середньому перемішуванні у водну/органічну емульсію швидко інjektують 42,0г водного 35% розчину 1,6-гексаметилендіаміну (полімеризатор - водна 70% HMD A від DuPont; Wilmington, DE). Закінчивши додавання аміну, отриманий таким чином склад суспензії мікрокапсул нагрівають до 60°C і перемішують при даній температурі протягом 2 годин, нарешті склад охолоджують до кімнатної температури, при якій його перемішують протягом приблизно 15хв. Після цього до складу протягом 15 хвилин додають 24,0г водного 2% розчину ксантанової смоли (загусник - Kelzan S від Keico; Chicago, IL) для поліпшення

суспендування мікрокапсул у воді. Потім до складу додають 42,0г сечовини (вільнодоступна) в якості речовини, що понижує температуру замерзання. Після цього pH складу доводять приблизно до 7,6, додаючи 5,0г оцтової кислоти (Aldrich, Milwaukee, WI). Розмір часток: 10,0 мікрон (90%), в'язкість: 900 сантипуаз, pH: 7,6.

#### Приклад III

Даний приклад ілюструє отримання водної суспензії мікроінкапсульованого кломазону в розчині з високонасиченим жиром, при якому мікрокапсули частково утворюються з продукту реакції амід/амонієвої солі безводного продукту співполімеризації стиролу і малеїнового ангідриду і поліфункціонального поліізоціаната.

Отримання складу кломазону 3,0 CS, що містить тваринний жир і співполімер смоли

Заздалегідь змішану водну фазу, що складається з 12,0г водного 25% розчину амід/амонієвої солі співполімеру стиролмалеїнового ангідриду (емульгатор/зшиваючий агент - Scripset 720 від Solutia, Springfield, MA), 2,0г 100% полідиметилсилоксану (протипінна добавка - Dow Corning 1520US від Ashland Chemical; Cleveland, OH) і 0,36г кислого 1,15% розчину суміші 2-метил-4-ізотіазолін-3-онів (інгібітор зростання мікробів -Legend MK від Rohm and Haas, Ambler, PA) приблизно в 204,64г води вміщують в 1000-мл ємність. Водну фазу гомогенізують з високою швидкістю (близько 7000об/хв) протягом 10 секунд в змішувачі Brinkmann Polytron PT6000, і при температурі 35°C додають заздалегідь змішану органічну фазу, що складається з 210,0г технічного кломазону (90% активного інгредієнту), 30,0г ізоціанату поліметиленполіфенілу (стілкоутворюючий матеріал - PAPI 27 від Dow Chemical Company; Midland, MI), 12,0г тваринного жиру (розчинник - лярд від Armour; Dallas, TX) і 12,0г розчинника, що складається з суміші C<sub>9</sub>-C<sub>15</sub> ароматичних вуглеводнів з температурою спалаху, що складає близько 95°C (розчинник на основі нафти - Aromatic 200 від Exxon; Houston, TX). Закінчивши додавання, високошвидкісне змішування продовжують протягом близько 10 секунд, а потім при середньому перемішуванні в емульсію швидко інжектують 40,0г водного 35% розчину 1,6-гексаметилендіаміну (полімеризатор - водна 70% HMDA від DuPont, Wilmington, DE). Закінчивши додавання аміну, отриманий таким чином склад суспензії мікрокапсул нагрівають до 60°C і перемішують при даній температурі протягом 2 годин, нарешті склад охолоджують до кімнатної температури, при якій його перемішують протягом приблизно 15 хвилин. Після цього до складу протягом 15 хвилин додають 18,0г водного 2% розчину ксантанової смоли (загусник - Kelzan S від Keico; Chicago, IL) для поліпшення суспендування мікрокапсул у воді. Потім до складу додають 60,0 г сечовини (широко доступна) в якості речовини, що понижує температуру замерзання. Після цього pH складу доводять приблизно до 7,0, додаючи 3,50г оцтової кислоти (Aldrich, Milwaukee, WI). Розмір часток: 7,0 мікрон (90%), в'язкість: 800 сантипуаз, pH: 7,0.

#### Приклад IV

Даний приклад ілюструє інкапсульовані склади кломазону в рамках даного винаходу, при цьому компоненти виражені у вигляді співвідношень мас / %мас.

Склади кломазону 3,0 CS із застосуванням тваринних жирів і/або співполімерних смол

	% мас/мас		
	Склади за прикладом I	Склади за прикладом II	Склади за прикладом III
Компонент			
Водна фаза На сіль лігносульфонової кислоти (диспергатор)	1,0-2,0		
Співполімерна смола (емульгатор/поперечне зшивання)		0,2-1,0	0,2-1,0
Протимікробна добавка		0,02-0,1	0,02-0,1
Протипінна добавка	0,1-0,4	0,1-0,4	0,1-0,4
Вода (розріджувач)	27,82-47,26	29,82-52,12	28,82-48,06
Органічна фаза			
Поліметилен поліфенілізоціанат (стілкоутворюючий матеріал)	4,5-8,0	4,5-8,0	4,5-8,0
Тваринний жир (розчинник)	2,0-3,0		2,0-3,0
Вуглеводень на основі нафти (розчинник)	0,0-2,5	3,5-4,5	1,5-2,5
Кломазон (90-99%)	34,75-35,5	34,75-35,5	34,75-35,5
Амінна фаза			
1,6-гександіамін (полімеризатор)	1,9-5,0	1,9-5,0	1,9-5,0
Вода (розріджувач)	1,9-5,0	1,9-5,0	1,9-5,0
Компоненти після інкапсульовання			
Ксантанова смола (загусник)	0,02-0,08	0,02-0,08	0,02-0,08
Сечовина/CaCl <sub>2</sub> /NaNO <sub>3</sub> (антифриз/модифікатор)	5,0-10,0	5,0-10,0	5,0-10,0
CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H (регулювання pH)	0,05-0,6	0,05-0,6	0,05-0,6

#### Приклад V

Наступний приклад служить для додаткової ілюстрації даного винаходу, однак, він ніяким чином не повинен розглядатися як обмежуючий його об'єм. У даному прикладі представлені деякі біологічні дані, що

ілюструють ефективність складів мікрокапсул в порівнянні з ефективністю подібних складів, відомих в даній області.

Сім'я проса курячого, щетинника гігантського, щетинника зеленого, shattercane і лімнохаріс саджають в плоскі волокнисті ящики, що містять орний шар ґрунту. Кожний вид саджають у вигляді одного ряду в ящику, що нараховує п'ять рядів. Використовують чотири однакових ящики з вищезгаданими видами бур'янів для кожного варіанту застосування тест-складу кломазону. Готують початкові розчини кожного з тест-складів, розчиняючи достатню кількість складу, щоб забезпечити вміст 0,0356г активного інгредієнту в 40мл води. Від початкового розчину відділяють 20мл і розбавляють серіями 20мл води, отримуючи порції, що містять 0,25, 0,125, 0,0625, 0,0313, 0,0156 і 0,0078кг a.i./га. Розчини тест-складів для кожного варіанту застосування потім розпилюють по поверхні ґрунту, застосовуючи трековий розпилювач в шафі для розпилення. Ящики також обприскують вищезгаданим чином такими ж розчинами стандартного складу кломазону, що продається у вигляді емульгованого концентрату гербіциду 4,0 Command®. Кожний тест також включає необроблений контроль. Завершивши розбризкування, ящики вміщують в теплицю, де їх тримають протягом чотирнадцяти днів. Після закінчення вказаного періоду часу тест візуально оцінюють, щоб визначити процентну величину контролю над бур'янами. Отримані результати для кожного тест-складу і стандартного складу гербіциду 4,0 EC Command піддають регресійному аналізу, щоб визначити варіант застосування, що забезпечує 85% контроль (ED<sub>85</sub>) кожного з видів бур'янів. Виходячи з отриманих даних, визначають відносну ефективність тест-складу (відносна ефективність гербіциду 4/0 EC Command складає одиницю), застосовуючи наступне співвідношення:

$$\text{Відносна ефективність складу} = \frac{\text{ED}_{85} \text{ складу}}{\text{ED}_{85} \text{ гербіциду Command}}$$

Відносна ефективність складу					
Склад	Просо куряче	Щетинник гігантський	Щетинник зелений	Shatterca-ne	Лімнохаріс
Склад за прикладом I	1,03*	1,43*	1,09*	1,22*	1,94*
Склад за прикладом II	0,75	0,75	0,95	1,04	1,00
Склад за патентом США 5783520	0,42*	0,75*	0,59*	0,60*	0,54*
Гербіцид 4 EC Command	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
* Середня величина з двох тестів.					

Гербіцидна активність складів з прикладів I і II відповідно до даного винаходу загалом дорівнює, або вище гербіцидної активності стандартного гербіциду 4EC Command. Склади прикладів I і II володіють істотно більш високою гербіцидною активністю, чим склад з патенту США 5783520, а саме, гербіцидна активність перших вище приблизно у 1,1-3,6 раз.

Незважаючи на докладний опис даного винаходу з посиланням на конкретні варіанти його здійснення, фахівцеві в даній області очевидно, що різні зміни і модифікації допустимі, якщо вони не змінюють його суті і об'єм.