



УКРАЇНА

(19) UA (11) 81062 (13) C2  
(51) МПК (2006)

A01N 43/56 (2006.01)

A01N 43/80 (2006.01)

A01N 25/28 (2006.01)

A01P 13/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СУМІШ ТА КОМПОЗИЦІЯ, ЯКІ МІСТЯТЬ МЕТАЗАХЛОР, СПОСОБИ ЇХ ОДЕРЖАННЯ ТА ЗАСТОСУВАННЯ ДЛЯ БОРОТЬБИ З НЕБАЖАНИМ РОСТОМ РОСЛИН

1

(21) а200602616

(22) 15.07.2004

(24) 26.11.2007

(86) РСТ/EP2004/007875, 15.07.2004

(31) 103 37 162.1

(32) 11.08.2003

(33) DE

(72) КОБЕР РАЙНЕР, МАЙЄР ВІНФРІД, БРАТЦ  
МАТТІАС

(73) БАСФ АКЦІЕНГЕЗЕЛЬШАФТ

(56) WO 9824317, A, 11.06.1998

WO 03024225, A, 27.03.2003

WO 0010392, A, 02.03.2000

SCHER H.B., RODSON M. & LEE K.-S.  
Microencapsulation of pesticide by interfacial  
polymerization utilizing isocyanate or aminoplast  
chemistry, PESTICIDE SCIENCE, Vol. 54, 1998, pp.  
394-400.(57) 1. Суміш із засобів захисту рослин, яка містить  
як діючі речовини

а) метазахлор та

б) принаймні одну діючу речовину, вибрану з  
групи, яка включає диметенамід, кломазон,  
квінмерак та фторхлоридон, причому принаймні  
одна діюча речовина з а)-б) мікрокапсульована.

2. Суміш за п. 1, яка додатково містить

с) принаймні одну діючу речовину, яка може бути  
мікрокапсульованою, вибрану з групи, яка включає  
беноксакор, флорхлоридон, діометриніл, дихлорімід,  
дициклонон, діетолат, фенхлоразол, фенклорим,  
флуразол, фуксофенім, флурилазол, ізоксацифен,  
мефенпір, мефенат, нафталевий ангідрид, 2,2,2,5-

2

триметил-3-(дихлорацетил-1,3-оксазолідин)  
(R29148), 4-(дихлорацетил)-1-окса-4-  
азаспіро[4.5]декан (AD-67, MON 4640) та  
оксабетриніл.3. Суміш за п. 1 або 2, яка відрізняється тим, що  
принаймні кломазон мікрокапсульований.4. Суміш за будь-яким з пп. 1-3, яка відрізняється  
тим, що весь метазахлор або частина  
метазахлору міститься в моноклінній або  
триклінній формі та диметенамід міститься у  
формі рацемату або як диметенамід-Р.5. Суміш за будь-яким з пп. 1-4, яка відрізняється  
тим, що принаймні дві діючі речовини  
мікрокапсульовані спільно.

6. Композиція, яка містить

А) суміш за будь-яким з пп. 1-5 та

В) домішки.

7. Композиція за п. 6, яка відрізняється тим, що  
додатково містить органічну рідину і/або воду.8. Композиція за п. 6 або 7, яка відрізняється  
тим, що являють собою готову композицію.9. Застосування суміші за будь-яким з пп. 1-5 для  
боротьби з небажаним ростом рослин.10. Застосування композиції за будь-яким з пп. 6-8  
для боротьби з небажаним ростом рослин.11. Спосіб одержання суміші за будь-яким з пп. 1-5  
за допомогою змішування компонентів та, в разі  
потреби, наступної подальшої переробки.12. Спосіб одержання композиції за будь-яким з  
пп. 6-8 за допомогою змішування компонентів та, в  
разі потреби, наступної подальшої переробки.Даний винахід стосується сумішей засобів  
захисту рослин, які містять як діючі речовини

а) метазахлор

та

б) принаймні, одну діючу речовину, вибрану із  
групи, яка включає диметенамід, кломазон,  
квінмерак та фторхлоридон

та, в разі потреби,

с) принаймні, одну діючу речовину, вибрану із  
групи, яка включає беноксакор, флорхлоридон,  
дициклонон, діетолат, фенхлоразол, фенклорим,  
флуразол, фуксофенім, флурилазол, ізоксацифен,  
мефенпір, мефенат, нафталевий ангідрид, 2,2,2,5-триметил-3-

(19) UA (11) 81062 (13) C2



(дихлорацетил-1,3-оксазолідин) (R29148), 4-(дихлорацетил)-1-окса-4-азаспіро[4.5]декан (AD-67, MON 4640) та оксабетриніл, причому, принаймні, одна діюча речовина від а) до с) мікрокапсульована;

композицій, які містять

А) суміші, що визначені у формулі винаходу та

В) домішки;

застосування сумішей і/або композицій, визначених у формулі винаходу, для боротьби з небажаним ростом рослин та способу одержання сумішей або композицій, визначених у формулі винаходу, змішуванням компонентів та, необов'язково, наступною подальшою переробкою.

Метазахлор є гербіцидною діючою речовиною, яка застосовується загалом на рапсі та овочевих культурах. Під метазахлором слід розуміти 2-хлор-(2',6'-диметил-N-піразол-1-іл-метил)-ацетанілід у всіх своїх модифікаціях кристалів, причому це включає також й описаний в [EP 0411408 A(фірми BASF Aktiengesellschaft)] моноклінний метазахлор.

Бажаним є подальше покращення специфічної дії метазахлору і/або надійності дії, а також розширення спектра застосування метазахлору щодо бур'янів без ураження при цьому цільових рослин.

Однією можливістю досягнення цієї мети є комбінування метазахлору з іншими гербіцидами, причому практично неможливо передбачити добре придатну комбінацію у зв'язку з великою кількістю пропонованих гербіцидів.

Метазахлор у суспензії, наприклад, у композиціях суспензійного концентрату, які далі позначені як SC-композиції, схильний до дозрівання кристалів або до дозрівання Освальда. Дозрівання кристалів, дозрівання Освальда або інші феномени, які приводять до росту кристалів або загалом до сепарації (наприклад, флокулювання, седиментації) діючої речовини з рідкої суспензії, наприклад, SC-композиції, дуже небажані в сільськогосподарській практиці.

Грубі частинки діючої речовини, які утворюються таким чином, можуть приводити при використанні суспензії діючої речовини до закупорювання розпилювальних сопел або, наприклад, у готових композиціях до утворення донних осадів, які більш не здатні добре гомогенізуватися або нездатні до збовтування та, наприклад, при дозуванні SC-композиції можуть приводити до проблем. Далі грубі частинки діючої речовини при застосуванні діючої речовини можуть приводити загалом до поганого розподілу діючої речовини на ґрунті або листках і, у зв'язку з цим, до зниженої біологічної дії.

Вищевикладені недоліки підсилюються загалом з часом і/або при підвищеній температурі, наприклад, при зберіганні суспензії діючої речовини в теплому кліматі.

Для підвищення стабільності при зберіганні в [DE 4436293 A] (фірми BASF Aktiengesellschaft) пропонуються рідкі, водні суміші, які поряд з діючою речовиною метазахлором містять, серед іншого, певний співполімер.

Стабільність при зберіганні цієї суміші слід ще більше підвищити, насамперед якщо повинні

додаватися інші, рідкі та не розчинні у воді діючі речовини, наприклад, для одержання суспоемультсії. Суспоемультсією загалом є трифазові системи з води, емульгуювальної масляної фази та фази мікрочастинок твердої речовини.

У [міжнародній заявці WO 96/14743] А (фірми FMC Corporation) описуються композиції з мікрокапсульованого кломазону. Перевагою цієї композиції є знижена випаровуваність ("volatility") кломазону.

У [заявці WO 00/10392 А] (фірми FMC Corporation) описується певний спосіб, що приводить до водних суспензій, які

а) містять мікрокапсульований кломазон та некапсульовані інші засоби захисту рослин або

б) містять мікрокапсули, які разом містять кломазон і ще один засіб захисту рослин.

В даному випадку не розкриваються ні метазахлор, диметенамід, квінмерак або фторхлоридон, ні підвищена стабільність при зберіганні суспензії.

Задача даного винаходу полягає у розробці сумішей засобів захисту рослин за п.1 формули винаходу, які мають широкий спектр дії проти бур'янів та які, насамперед у формі суспоемультсії, стабільні при зберіганні також і при підвищених температурах.

Відповідно до цього були розроблені суміші за п.1, композиції за п.5, застосування за п.8 та спосіб за п.10 формули винаходу.

Діючою речовиною групи а) є метазахлор (2-хлор-(2',6'-диметил-N-піразол-1-ілметил)-ацетанілід) у всіх своїх кристалічних модифікаціях, бажано в триклінній або описаний в [EP 0411408 A] (фірми BASF Aktiengesellschaft) моноклінній модифікації.

Метазахлор відомий, наприклад, з [публікації The Pesticide Manual 12th Edition; British Crop Protection Council, Editor: C.D.S. Tomlin, 2000, стор.508/509].

Діючими речовинами групи б) є диметенамід [див. публікацію The Pesticide Manual 12th Edition; British Crop Protection Council, Editor: C.D.S. Tomlin, 2000, стор.305/306] як рацемат або S-ізомери (диметенамід-P), фторхлоридон, що називається також флуорхлоридон, ((3RS,4RS;3RS,4SR)-3-хлор-4-хлорометил-1-( $\alpha,\alpha,\alpha$ -трифторо-м-толуол)-2-піролідинон, CAS-Nr. 61213-25-0, квінмерак [див. публікацію The Pesticide Manual 12th Edition; British Crop Protection Council, Editor: C.D.S. Tomlin, 2000, стор.817] або кломазон [див. публікацію The Pesticide Manual 12th Edition; British Crop Protection Council, Editor: C.D.S. Tomlin, 2000, стор.190/191].

Діючими речовинами групи с) є беноксакор, клоквінтоцет, ціометриніл, дихлорімід, дициклонон, діетолат, фенхлоразол, фенклорим, флуразол, фуксофенім, флурилазол, ізокадифен, мефенпір, мефенат, нафталевий ангідрид, 2,2,2,5-триметил-3-(дихлорацетил-1,3-оксазолідин) (R29148),

4-(дихлорацетил)-1-окса-4-азаспіро[4.5]декан (AD-67, MON 4640) та оксабетриніл, які також описані в [публікації The Pesticide Manual 12th Edition; British Crop Protection Council, Editor: C.D.S. Tomlin, 2000].



Діючі речовини груп а)-с) включають, зрозуміло, відповідні солі, а також, якщо діючі речовини груп а)-с) мають карбоксильні групи, відповідні похідні, такі, як складні ефіри або амідні, наприклад, клоквінтоцетмексил.

Принаймні, одна діюча речовина із груп а)-с) знаходиться в сумішах відповідно до винаходу в мікрокапсульованій формі.

Мікрокапсульовання діючих речовин засобів захисту рослин загалом добре відоме [див. публікації Arshady, R. (ed.): *Microspheres, Microcasules & Liposomes*, Volume 1: *Preparation and Chemical Applications*; The MML Series, Citus Books, London, 1999 (ISBN 0953218716)].

"Мікрокапсульовано" або "мікрокапсула" означає далі капсульовану частинку, що має розмір не більш, ніж 1000мкм, бажано від 0,0001 до 20мкм.

Звичайно ця частинка складається з полімерної оболонки та закладеного в неї інгредієнта. Звичайно полімерна оболонка є пористою.

Придатними полімерами, що утворюють оболонку, є такі, в основі яких як мономері лежать біфункціональні ізоціанати в сполученні з ді- і/або олігоамінами, краще  $\alpha$ - $\omega$ -алкілідендіамінами, тобто полісечовини. Далі придатними полімерами, що утворюють оболонку, є поліметилметакрилати та меламінінформальдегідні смоли.

Основною складовою частиною закладеного в оболонку інгредієнта мікрокапсули є діюча речовина, вибрана із груп а)-с).

При цьому тільки одна діюча речовина, вибрана з а)-с), або декілька діючих речовин, вибраних з а)-с), можуть бути мікрокапсульованими.

У тому випадку, якщо тільки діюча речовина з а)-с) знаходиться в мікрокапсульованій формі, вона є, бажано, метазахлором або кломазоном, зокрема, кломазоном.

Якщо декілька діючих речовин, вибраних з а)-с) містяться спільно в одній мікрокапсулі, то мова йде переважно про дві, три або чотири діючі речовини, вибраних із груп а)-с).

Кращі суміші відповідно до винаходу наведені в таблицях 1, 2 та 3.

У цих таблицях присутні наступні позначення: CS=мікрокапсульований, Non=не мікрокапсульований, MTZ=метазахлор (всі ізомери або ізомерні суміші, однак бажано триклінні або моноклінні), DMTA=диметенамід (всі ізомери або ізомерні суміші, однак бажано диметенамід-Р), QUIN=квінмерак, CLOM=кломазон, FLU=фторхлоридон.

#### Таблиця 1:

**MTZ-Non + DMTA-CS**

**MTZ-CS + DMTA-CS**

**MTZ-CS + DMTA-Non**

**MTZ-Non + CLOM-CS**

**MTZ-CS + CLOM-CS**

**MTZ-CS + CLOM-Non**

**MTZ-CS + QUIN-Non**

**DMTA-CS + QUIN-Non**

**DMTA-Non + CLOM-CS**

**DMTA-CS + CLOM-CS**

**DMTA-CS + CLOM-CS**

**DMTA-CS + CLOM-Non**

**QUIN-Non + CLOM-CS**

**MTZ-Non + FLU-CS**

#### Таблиця 2:

**MTZ-Non + DMTA-CS + QUIN-Non**

**MTZ-CS + DMTA-Non + QUIN-Non**

**MTZ-CS + DMTA-CS + QUIN-Non**

**MTZ-Non + DMTA-Non + CLOM-CS**

**MTZ-Non + DMTA-CS + CLOM-Non**

**MTZ-Non + DMTA-CS + CLOM-CS**

**MTZ-CS + DMTA-CS + CLOM-CS**

**MTZ-CS + DMTA-CS + CLOM-Non**

**MTZ-CS + DMTA-Non + CLOM-CS**

**MTZ-CS + DMTA-Non + CLOM-Non**

**MTZ-Non + QUIN-Non + CLOM-CS**

**MTZ-CS + QUIN-Non + CLOM-Non**

**MTZ-CS + QUIN-Non + CLOM-CS**

**DMTA-Non + QUIN-Non + CLOM-CS**

**DMTA-CS + QUIN-Non + CLOM-Non**

**DMTA-CS + QUIN-Non + CLOM-CS**

#### Таблиця 3:

**MTZ-Non + DMTA-Non + QUIN-Non + CLOM-CS**

**MTZ-Non + DMTA-CS + QUIN-Non + CLOM-Non**

**MTZ-Non + DMTA-CS + QUIN-Non + CLOM-CS**

**MTZ-CS + DMTA-Non + QUIN-Non + CLOM-Non**

**MTZ-CS + DMTA-Non + QUIN-Non + CLOM-CS**

**MTZ-CS + DMTA-CS + QUIN-Non + CLOM-Non**

**MTZ-CS + DMTA-CS + QUIN-Non + CLOM-CS**

Додатково до наведених в таблицях 1-3 комбінацій слід ще назвати ті, у яких мікрокапсульований фторхлоридон (FLU-CS) або некапсульований фторхлоридон (FLU-Non) додається у відповідному рядку.

Позначені як "CS" діючі речовини у відповідній комбінації (суміш у одному рядку) у таблицях 1, 2 або 3 можуть а) кожна сама окремо бути мікрокапсульованою, б) можуть міститися всі разом в одній мікрокапсулі або с) одна або декілька діючих речовин можуть бути капсульовані кожна окремо та інші спільно. Особливо кращі комбінації, у яких мікрокапсульований тільки кломазон.



Особливо кращі наступні комбінації:

#### Таблиця 4

MTZ-Non + DMTA-CS

MTZ-Non + CLOM-CS

MTZ-Non + DMTA-CS + QUIN-Non

Метазахлор може міститися в сумішах відповідно до винаходу повністю в немоноклінній, наприклад, триклінній модифікації, частково в немоноклінній, наприклад, триклінній модифікації та частково в моноклінній модифікації або повністю в моноклінній модифікації. Краще, якщо метазахлор міститься в моноклінній модифікації.

Суміші відповідно до винаходу можуть бути одержані в такий спосіб:

А) вже капсульований компонент, вибраний із груп а)-с), змішують із некапсульованим компонентом, бажано, як SC-концентрат, вибраним з а)-с), краще, у суміші відповідно до таблиць 1, 2, 3 або 4;

або

В) діючі речовини а)-с) подають при будь-якому виборі спільно, наприклад, диспергують або емульгують та мікрокапсулюють переважно у відповідні суміші за таблицями 1 або 2.

Інші придатні способи мікрокапсулювання описані в [WO 00/10392 A] (фірми FMC Corporation), на яку дається відповідне посилання.

Суміші відповідно до винаходу можуть бути вже змішаними та готовими для застосування або вони можуть утворюватися тільки комбінацією окремих компонентів (наприклад, суміш у баці). Суміші відповідно до винаходу включають всі вищенаведені комбінації компонентів а) і б) та, в разі потреби, с), не залежно від того, де і як вони утворюються та містяться.

Суміші відповідно до винаходу, переважно, наведені в таблицях 1, 2 або 3 суміші, зокрема названі в таблиці 4 суміші, можуть бути складовою частиною композицій. Композиції засобів захисту відомі спеціалісту в даній галузі. Звичайно вони містять поряд з діючими речовинами домішки В). Домішки відомі спеціалісту в даній галузі.

Кращими домішками В) є

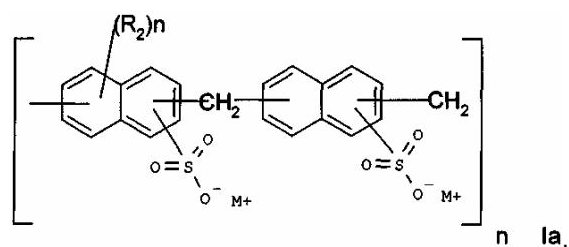
а) Аніонні поверхнево-активні речовини з концентрацією композиції 1-300 г/л. бажано з концентрацією композиції 5-70 г/л.

Придатними іонними поверхнево-активними речовинами є, наприклад, алкіларилсульфонати, фенілсульфонати, алкілсульфати, алкілсульфонати, сульфати простого алкілового ефіру, сульфати простого алкіларилового ефіру, фосфати простого алкілполігліколевого ефіру, фосфати простого поліарилфенілового ефіру, алкілсульфонсукцианати, олефісульфонати, парафінсульфонати, нафтові сульфони, тауриди, саркосиди, кислоти жирного ряду, алкілнафталінсульфофосфокислоти, нафталінсульфофосфокислоти, лігнінсульфофосфокислоти, продукти конденсації сульфонованих нафталінів з формальдегідом або з формальдегідом та фенолом, та, в разі потреби, сечовиною, лігнінсульфатний відпрацьований луг, включаючи їх солі лужних, лужноземельних металів та солі амонію і

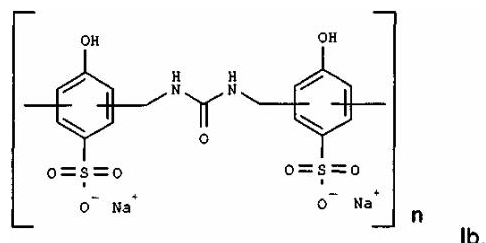
аміну, алкілфосфати, четвертинні амонієві сполуки, аміноксиди, бетаніни та їх суміші.

Кращі продукти конденсації сульфонованих нафталінів або фенолів з формальдегідом та, в разі потреби, сечовиною, які є водорозчинними.

Кращими продуктами конденсації та їх концентраціями є 1-10 мас.%, краще, 2-8 мас.%, особливо краще 3-6 мас.% аніонного олігомерного, відповідно, полімерного диспергатора формули Ia і/або Ib



та найбільш краще формули Ib



Ib описується як продукт конденсації фенолсульфокислоти та натрового луку з формальдегідом та сечовиною, причому параметри формули Ia та Ib мають наступне значення:

$$n=100-10^{10}$$

$M^+$  означає катіон лужного та лужноземельного металу, такого, як натрій, калій, кальцій, магній або мідь,

$n$  в  $R_2$  означає 0-3, краще 1-2,

та  $R_2$ , означає  $C_1-C_8$ -н-алкіл,  $C_3-C_8$ -і-алкіл або  $C_4-C_8$ -трет-алкіл, такий, як метил, етил або бутіл, н-бутил, трет-бутил.

б) Неіонні поверхнево-активні речовини з концентрацією композиції 1-300 г/л. краще з концентрацією композиції 5-70 г/л.

Придатними неіонними поверхнево-активними речовинами є, наприклад, алкілфенолалкоксилати, алкоксилати спиртів, алкоксилати жирних амінів, складні ефіри поліоксидетиленгліцерових кислот жирного ряду, алкоксилати рицинової олії, алкоксилати кислот жирного ряду, амідалкоксилати кислот жирного ряду, полідіетаноламідів кислот жирного ряду, ланолінетоксидати, простий полігліколевий ефір кислоти жирного ряду, ізотридециловий спирт, амідів кислот жирного ряду, метилцелюлоза, складні ефіри кислот жирного ряду, силіконові масла, алкілполіглікозиди, складний ефір гліцерової кислоти жирного ряду, поліетиленгліколь, поліпропіленгліколь, блокспівполімери поліетиленгліколю та поліпропіленгліколю, простий поліетиленглікольалкіловий ефір, простий



поліпропіленглікольалкіловий ефір, блокспівполімери простого поліетиленгліколевого ефіру та простого поліпропіленгліколевого ефіру та їх суміші, поліакрилати, прищеплені співполімери акрилової кислоти.

Кращі поліетиленгліколь, поліпропіленгліколь, блокспівполімери політетиленгліколю та поліпропіленгліколю, простий поліетиленглікольалкіловий ефір, простий поліпропіленглікольалкіловий ефір, блокспівполімери простого поліетиленгліколевого ефіру та простого поліпропіленгліколевого ефіру та їх суміші.

Далі придатні як полімери:

- ди- три- та мульти-блокспівполімери типу (AB)<sub>x</sub>, ABA та BAB, наприклад, блок поліетиленоксиду та поліпропіленоксиду, блок також полістиролу та поліетиленоксиду або також АВ-гребінчасті полімери, наприклад, гребінчастий полімер полімет/акрилату та поліетиленоксиду.

Добре придатні також і суміші а) та б).

Кращими сумішами іонних та неіонних поверхнево-активних речовин є продукти конденсації сульфонованих фенолів із сечовиною та формальдегідом, а також блокспівполімери простого поліетиленгліколевого ефіру та простого поліпропіленгліколевого ефіру.

с) Інші допоміжні речовини

Придатними тиксотропними домішками с) є сполуки, які надають композиції псевдопластичний характер плинності, тобто високу в'язкість у стані спокою та низьку в'язкість у рухливому стані.

Придатними сполуками є, наприклад, полісахариди, такі, як Xanthan Gum, Kelzan фірми Kelco або Rhodopol 23 (фірми Rhone Poulenc).

Тиксотропна домішка с) загалом застосовується у водних композиціях з концентрацією від 0,01 до 5мас.%, краще від 0,05 до 3мас.%, зокрема від 0,1 до 2мас.%, у перерахунку на загальну водну композицію.

Як загусники композиції можуть містити далі мінеральні компоненти, такі, як, наприклад, бентоніт, таліцит або гекторит, внаслідок чого загалом поліпшуються фізичні властивості композицій відносно зниженого утворення серуму або меншої седиментації.

Далі вони можуть в основному внаслідок підвищення в'язкості пригнічувати хімічні процеси в композиціях при зберіганні, що може привести до покращення стабільності діючої речовини. Як органічні загусники придатні, наприклад, похідні рицинової олії.

Як антиспінювачі придатні, наприклад, силіконові емульсії, спирти з довгим ланцюгом, кислоти жирного ряду, фторорганічні сполуки та їх суміші.

Бактерициди можуть додаватися для стабілізації водних фунгіцидних композицій. Придатними бактерицидами є, наприклад, проксел (фірми ICI) ніпацид BIT 20 (фірми Thor Chemie), катон МК, актицид (фірми Rhom & Haas).

Особливо придатні суміші поверхнево-активних речовин.

Далі як компоненти домішок придатні

d) Співполімери згідно з [DE 4436293 A] і/або бажано, електроліти, такі, як солі металу або

амонію (наприклад, хлориди, сульфати, нітрати, фосфати) або сечовина.

Названі допоміжні речовини В) можуть додаватися до композицій до або після подрібнювання попередніх SC-концентратів.

Композиції відповідно до винаходу як правило містять суміші компонентів, вибраних з а)-d).

Придатний спосіб одержання композицій відповідно до винаходу пояснюється на прикладах.

Композиції відповідно до винаходу містять переважно, як правило, від 10 до 50мас.%, краще від 15 до 30мас.% метазакхлору у формі водного суспензійного концентрату, мікрокапсульованого або бажано не мікрокапсульованого, від 1 до 25мас.%, краще від 2 до 15мас.%, принаймні, ще однієї діючої речовини b)-c), бажано мікрокапсульованої, зокрема, мікрокапсульованого кломазону або диметенаміду, від 10 до 70мас.%, бажано, від 35 до 60мас.% води, а також від 2 до 20мас.%, бажано, від 5 до 15мас.% поверхнево-активного допоміжного засобу.

Композиції відповідно до винаходу можуть ще містити від 5 до 40мас.% органічної рідини, бажано спиртів, складних ефірів, ароматичних вуглеводнів. Особливо придатними подібними рідинами є парафінове масло, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-алкілований бензол і/або нафталін, а також технічні або базовані на природних речовинах масла (олії), складні ефіри, ди- або тригліцериди.

Загалом ці органічні рідини знаходять застосування при мікрокапсулюванні діючої речовини.

Готові до розприскування розчини містять звичайно від 0,0001 до 10мас.%, краще від 0,001 до 1мас.% та зокрема від 0,01 до 0,5мас.% діючої речовини, у перерахунку на окрему чисту діючу речовину а)-c). Як правило, готові до обприскування розчини містять від 0,001 до 50мас.%, краще, від 0,01 до 5мас.% та зокрема від 0,25 до 2мас.% суміші відповідно до винаходу.

Композиції відповідно до винаходу можуть міститися в роздільній формі, так що вони, наприклад, для одержання суміші в баці повинні ще змішуватися одна з одною, або вони можуть вже бути повністю змішаними в композиції готовій до застосування. Окремі компоненти композиції відповідно до винаходу можуть бути упаковані окремо, композиція відповідно до винаходу може також міститися в одній упаковці, в готовій до застосування формі.

Для застосування як засіб захисту рослин, суміші відповідно до винаходу, бажано композиції відповідно до винаходу, приготують комбінуванням/змішуванням компонентів, якщо вони ще не присутні як готова суміш або готова композиція, та, звичайно, розбавляють водою (суміш у баці, розчин для обприскування) і потім відомим чином, бажано, розприскуванням, наносяться для боротьби з небажаним ростом рослин.

Техніка застосування та необхідні апарати відомі спеціалісту в даній галузі.

Перевага сумішей відповідно до винаходу та композицій відповідно до винаходу полягає в тому, що вони хімічно та фізично стабільні при



зберіганні та практично не закупорюють сопла інструментів для розприскування і добре можуть вимірюватися та дозуватися при приготуванні розчинів для обприскування, наприклад, суміші в баці (діюча речовина, що не осаджується).

Суміші відповідно до винаходу та композиції відповідно до винаходу загалом застосовуються для боротьби з небажаним ростом у звичайних культурних рослинах звичайно способом досховою або післясховою обробки.

Поряд із природним рапсом, як краща культурна рослина, суміші або композиції відповідно до винаходу можуть застосовуватися також і на культурних рослинах, які, наприклад, стійкі до сумішей та композицій відповідно до винаходу внаслідок генетичних або селекційних заходів, тобто мають достатню селективність при досховому і/або післясховому способі обробки.

Слід назвати наступні культури, особливо що стосується толерантних культур:

*Allium cepa*, *Ananas comosus*, *Arachis hypogaea*, *Asparagus officinalis*, *Beta vulgaris* spp. *altissima*, *Beta vulgaris* spp. *rapa*, *Brassica napus* var. *napus*, *Brassica napus* var. *napobrassica*, *Brassica rapa* var. *silvestris*, *Cemellia sinensis*, *Carthamus tinctorius*, *Carya illinoensis*, *Citrus limon*, *Citrus sinensis*, *Coffea arabica* (*Coffea canephora*, *Coffea liberica*), *Cucumis sativus*, *Cynodon dactylon*, *Daucus carota*, *Elaeis guineensis*, *Fragaria vesca*, *Helianthus annuus*, *Hevea brasiliensis*, *Hordeum vulgare*, *Humulus lupulus*, *Ipomoea batatas*, *Juglans regia*, *Lens culinaris*, *Linum usitatissimum*, *Lycopersicon lycopersicum*, *Malus* spp., *Manihot esculenta*, *Medicago sativa*, *Musa* spp., *Nicotiana tabacum* (*N. rustica*), *Olea europaea*, *Phaseolus lunatus*, *Phaseolus vulgaris*, *Picea abies*, *Pinus* spp., *Pisum sativum*, *Prunus avium*, *Prunus persica*, *Pyrus communis*, *Ribes sylestre*, *Ricinus communis*, *Saccharum officinarum*, *Secale cereale*, *Solanum tuberosum*, *Sorghum bicolor* (s. *vulgare*), *Theobroma cacao*, *Trifolium pratense*, *Triticum durum*, *Vicia faba*, *Vitis vinifera*.

Небажаними рослинами є, наприклад, наступні: куряче просо (*Echinochloa crus-galli*), *Bracharia plantaginea*, *Ischaemum rugosum*, *Leptochloa dubia*, щириця загнута (*Amaranthus retroflexus*), лобода біла (*Chenopodium album*), подмаренник чіпкий (*Galium aparine*), паслін чорний (*Solanum nig/um*), листохвіст польовий (*Alopecurus myosuroides*), вівсюг (*Avena fatua*), стоколос безостий (*Bromus inermis*), тонконіг однолітній (*Poa annua*), мишій гігантський (*Setaria faberii*), пшениця м'яка (*Triticum aestivum*), (кукурудза культурна) (*Zea mays*).

Застосування сумішей або композицій відповідно до винаходу здійснюється досховим або післясховим способом. Якщо діючі речовини гірше переносяться певними культурними рослинами, то може застосовуватися техніка внесення, при якій суміші або композиції відповідно до винаходу розприсковуються за допомогою апаратів для розприскування так, що вони по можливості не попадають на листки чутливих культурних рослин, у той час як діючі речовини попадають на листки небажаних рослин,

які ростуть нижче або на непокриту поверхню ґрунту (метод напрямленого обприскування, відповідно, метод стрічкового обприскування).

Крім того, може приносити користь внесення сумішей або композицій відповідно до винаходу як таких або разом з іншими засобами захисту рослин, наприклад, із засобами для боротьби зі шкідниками або фітопатогенними грибами, відповідно, бактеріями. Далі, корисне домішування розчинів мінеральних солей, які застосовуються для усунення дефіциту живильних елементів і мікроелементів. Можуть також додаватися нефітотоксичні масла та масляні концентрати.

Норми витрати гербіцидної діючої речовини становлять, залежно від мети застосування, пори року, цільової рослини та стадії росту, як правило, від 50 до 1500г/га, краще, від 200 до 1200г/га діючої речовини.

Приклади

Одержання суміші відповідно до винаходу

Одержання композиції відповідно до винаходу може здійснюватися відомим методом за допомогою змішування відповідних компонентів, відповідно, при нагріванні, за допомогою диспергування і/або перемелювання.

Наприклад, спочатку одержують суспензійний концентрат метазаклору, причому ця діюча речовина перемелюється разом з допоміжними засобами.

На окремій стадії далі рідку діючу речовину мікрокапсулюють і потім обидва концентрати змішують.

Нижче це докладно пояснюється на прикладах.

Загальне одержання SC-композицій метазаклору, відповідно попередніх SC-концентратів метазаклору.

Загальний опис експериментів 1

Відомим чином метазаклор та, в разі потреби, іншу діючу речовину, наприклад, квінмерак, подрібнюють з диспергатором та змочувачем бажано в кульових млинах або кульових млинах з мішалкою звичайно при приблизно 0-30°C розмелювальними тілами, наприклад, скляними розмелювальними тілами, або іншими мінеральними або металевими розмелювальними тілами, розміром 0,1-30мм, бажано, 0,6-2мм доти, поки середня величина частинок не стає меншою, ніж 10мкм та, наприклад, знаходиться в діапазоні від 1 до 10мкм. Концентрація діючої речовини становить приблизно 10-60мас.%, загалом 30-60мас.%.

Розмелювання здійснюється, наприклад, у млині фірми "Bachofen" з ємністю від 0,5 до одного літра в так названому режимі проходів. Після, як правило, п'ятого проходів (прокачування суспензії через млин за допомогою шлангового насоса) досягається, відповідно до мікроскопічного аналізу, середня величина частинок в 1-10мкм.

Бажано одержання попередніх SC-концентратів здійснюють, наприклад, за допомогою 0,5 літрового лабораторного млина при застосуванні скляних кульок діаметром 1мм за п'ять проходів розмелювання при попередньому охолодженні на 15°C з виходом продукту при



максимально 25°C (шланговий насос із потужністю 5л/год) до розміру приблизно 80% частинок <2мкм.

Потім здійснюють змішування з концентратом мікрокапсул та іншими домішками. Можуть застосовуватися наявні у продажу гербіцидні продукти на базі мікрокапсульних концентратів.

На завершення ще звичайно домішується антиспінювач, наприклад, Silicon SRE приблизно 1,0г/л, зразки зберігаються й композиції після зберігання аналізуються хімічно та фізично при температурі між 0 та 50°C.

Методи визначення (методи аналізів)

Визначення гомогенності композиції здійснюють відповідно до методик CIPAC MT 180, метод Nr. CF/P 052.14 [CIPAC Handbook, Volume H, стор. від 310 до 313]. Мова йде про стандартизовану візуальну оцінку неомогенності водної дисперсії на дні та у верхній частині труби, яка звукується донизу, при кімнатній температурі.

Визначення в'язкості композиції здійснюється відповідно до методик OECD Test Guideline 114, метод Nr. CF/CP 027.13 (OECD Guidelines for Testing of Chemicals, # 114 "Viscosity of Liquids"). Мова йде про визначення зрізувальних зусиль, у конусно-пластинчастому віскозиметрі при 20 °C.

Приклади експериментів

Приклад 1 (відповідно до винаходу)

Суміш метазаклору (у перерахунку на 1л 200г/л діючої речовини як SC-частка) і фторхлоридону (у перерахунку на 1л 100г/л діючої речовини як CS-частка/капсульованої суспензії).

400г згаданого в [DE 4436293 A1] 50%-го попереднього метазаклор-SC-концентрату (у перерахунку на 1л 200г/л метазаклору), одержаного відповідно до загального опису експерименту, розбавляють у 177г води та розчиняють у цій реакційній суміші 15г Sokalan CP 9, а також 30г Reaxx 85 A (лігнінсульфонату фірми Westvaco) при перемішуванні.

Одержану суспензію при сильному перемішуванні змішують з 400г наявного у продажу продукту RACER ME (з 250г/л мікрокапсульованого фторхлоридону).

Після перемішування протягом 30хв одержують готову композицію з вищенаведеним вмістом діючих речовин.

Оцінка експерименту:

Для вищенаведеної дослідної композиції при достатній стабільності при зберіганні в'язкість, гомогенність і дисперсійна здатність були бездоганними.

Приклад 2 (порівняльний експеримент)

Одержання суспензії з метазаклору та кломазону, кожний не мікрокапсульований.

750мл попереднього концентрату метазаклору відповідно до прикладу 1 змішують при кімнатній температурі із сумішшю 41г кломазону (90,8% технічної діючої речовини) і 74г парафінового масла C14-17 і суміш розбавляють водою до загального об'єму 1 літр.

Потім 5-хвилинним перемішуванням при 2000об/хв у наявній у продажу лабораторній мішалці KPG одержують суспензію.

Визначення розподілу розмірів частинок дає значення відразу ж для 53,4% <2мкм та відповідно до цього стабільну гомогенну суспензію.

Суміш зберігають далі при температурах 20, 30, 40 та 50°C.

Через 4 тижні розподіл розмірів частинок при 20°C становив ще для 34% <2мкм і при 40°C тільки для 11,4% <2мкм.

Через 3 місяці спостерігалось сильне підвищення в'язкості >500мПа\*с. Через 6 місяців експеримент був припинений, оскільки утворилася неомогенна каша кристалів. Мікроскопічні дослідження показали крайнє дозрівання Освальда метазаклору.

Приклад 3 (порівняльний приклад)

Одержання суспензії з метазаклору та кломазону, яка містить додатково стабілізуючий співполімер відповідно до експерименту 2 із заявки [DE 4436293 A1] (Sokalan CP9).

750мл попереднього концентрату метазаклору відповідно до експерименту 1, змішують при кімнатній температурі із сумішшю 42г кломазону (90,8% технічної діючої речовини), 15г Wettol D1 та 10,0г Sokalan CP9, доповнюють дистильованою водою до 1 літра й аналогічно до прикладу 2 перемішуванням одержують суспензію.

Визначення розподілу розмірів частинок дає в порівнянні із прикладом 2 значно краще значення відразу ж для 69,7% <2мкм та відповідно до цього стабільну гомогенну суспензію.

Суміш зберігають потім при 20, 30, 40 та 50°C.

Через 4 тижні розподіл розмірів частинок при 20°C становив ще для 39,7% <2мкм.

Суміш після збівтування була ще добре здатна до гомогенізування та нанесення.

Через 3 місяці зберігання осад на дні не можна було збовтати. Крайній ріст кристалів метазаклору був підтверджений мікроскопічним аналізом.

Приклад 4 (відповідно до винаходу)

Суміш із метазаклору SC і дисперсії з мікрокапсульованого концентрату кломазону (варіант одержання 1 літра готового продукту відповідно до винаходу)

До 389г води додають 2г згущувача Xanthan Gum (фірми Jungbunzlauer (Deutschland)) і розчиняють. Після цього змішують 500мл концентрату метазаклору з 500г/л MTZ відповідно до вищенаведеного експерименту, а також 89мл Centium 36 CS® (мікрокапсульований концентрат кломазону з 360г/л кломазону, фірми FMC) та 1,0г біоциду Acticide MBS (фірми Thor Chemie) і суміш гомогенізують при перемішуванні.

Оцінка фізичних властивостей:

Через 4 тижні зберігання при 20, 30 та 40°C проби були гомогенними та при тільки злегка підвищеній в'язкості бездоганними, інше див. дані в нижченаведеній таблиці.

Приклад 4	DZ 50		В'язкість		Вигляд SC (серум)
	[мкм]	eta (w) [мПа]	eta (s) [мПа]		
відразу ж	1,5	34	101		немає серуму/гомогенний
4 тижня 20°C	1,6	37	98		немає серуму/гомогенний
4 тижня 30°C	2,9	38	94		немає серуму/гомогенний
4 тижня 40°C	7,2	61	126		немає серуму/гомогенний

DZ 50 = 50% частинок у цьому інтервалі.