



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **34453** (13) **C2**

(51) 7 A01N43/56, C07D231/08

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) ПЕСТИЦИДНИЙ ВОДНИЙ СУСПЕНЗИЙНИЙ КОНЦЕНТРАТ ТА СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ

(21) 94105914

(22) 12.10.1994

(24) 15.03.2001

(31) 05-280081

(32) 12.10.1993

(33) JP

(46) 15.03.2001, Бюл. № 2, 2001 р.

(72) Хігашімура Мінору (JP), Оотсука Такаші (JP),
Шібаяма Масаказу (JP)

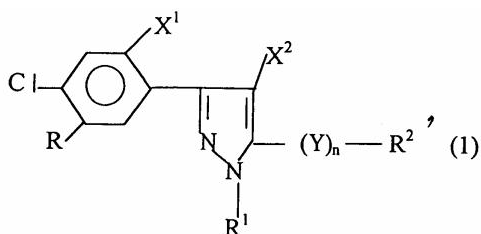
(73) НІХОН НОХІАКУ КО. ЛТД (JP)

(56) 1. Заявка Японії № 3-163063, кл. A01N 43/56.

2. Заявка Японії № 4-211065, кл. A01N 25/04.

3. ЕП-A-0 443 059, кл. A01 N 43/56.

(57) 1. Пестицидний водний суспензійний концентрат, що містить в якості активного інгредієнта 3-замещенную производную пиразола, представленную формулой (I):



где R - Y¹R³ (где R³ - C₁-C₆ - алкильная группа, C₁-C₆ - галоалкильная группа, C₂-C₆ - алкенильная группа или C₂-C₆ - алкинильная группа и Y¹ является -O- или -S-),



(где R⁴ - атом водорода или C₁-C₆ - алкильная группа, R⁵ - атом водорода, C₁-C₆ - алкильная группа, C₁-C₆ - галоалкильная группа, C₂-C₆ - алкенильная группа или C₂-C₆ - алкинильная группа, а Y² представляет собой -O-, -S- или -NH),



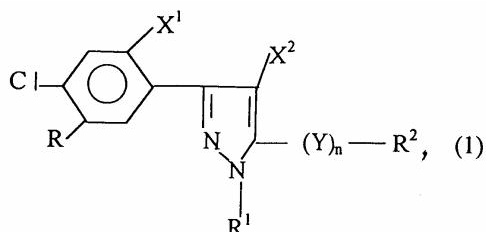
(где R⁴, R⁵ и Y¹ заданы в виде, указанном выше) или



(где R⁶ - C₁-C₆ - алкильная группа, C₁-C₆ - галоалкильная группа, C₂-C₆ - алкенильная группа или C₂-C₆ - алкинильная группа), R¹-C₁-C₆ - ал-

кильная группа, R² - атом водорода, а C₁-C₆ - алкильная группа или C₁-C₆ - галоалкильная группа, X¹ и X², которые могут быть одинаковы или различны, представляют собой галогенные атомы, Y является -O-, -S-, -SO- или -SO₂, а n равно нулю или единице, отличающийся тем, что размер 50% частиц в совокупном гранулированном составе частиц активного ингредиента составляет 1 мк или менее и 90% частиц в совокупном гранулированном составе частиц активного ингредиента составляет 2 мк или менее.

2. Способ получения пестицидного водного суспензионного концентрата путем добавления и смешивания в качестве активного ингредиента 3-замещенной производной пиразола, представленной формулой (I):

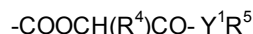


где R - Y¹R³

(где R³ - C₁-C₆ - алкильная группа, C₁-C₆ - галоалкильная группа, C₂-C₆ - алкенильная группа или C₂-C₆ - алкинильная группа, и Y¹ является -O- или -S-),



(где R⁴ - атом водорода или C₁-C₆ - алкильная группа, R⁵ - атом водорода, C₁-C₆ - алкильная группа, C₁-C₆ - галоалкильная группа, C₂-C₆ - алкенильная группа или C₂-C₆ - алкинильная группа, а Y² представляет собой -O-, -S- или -NH),



(где R⁴, R⁵ и Y¹ заданы в виде, указанном выше) или

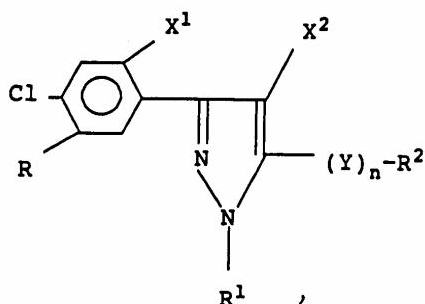


(где R⁶-C₁-C₆ - алкильная группа, C₁-C₆ - галоалкильная группа, C₂-C₆ - алкенильная группа или

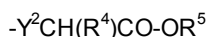
C_2-C_6 – алкинильная группа), $R^1-C_1-C_6$ – алкильная группа, R^2 – атом водорода, а C_1-C_6 – алкильная группа или C_1-C_6 – галоалкильная группа, X^1 и X^2 , которые могут быть одинаковы или различны, представляют собой галогенные атомы, Y является $-O-$, $-S-$, $-SO-$ или $-SO_2$, а n равно нулю или единице, **отличающийся** тем, что указанный активный ингредиент подвергают обработке путем

влажного тонкого измельчения посредством твердых элементов измельчения с плотностью, превышающей 4 г/см^3 , и диаметром менее 1 мм до получения 50% частиц в совокупном гранулированном составе частиц активного ингредиента размером в 1 мк или менее и 90% частиц в совокупном гранулированном составе частиц активного ингредиента размером в 2 мк или менее.

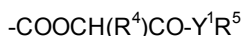
Настоящее изобретение относится к пестицидному водному суспензионному концентрату, содержащему в качестве активного ингредиента 3-замещенную производную пиразола, представленную формулой (I):



где R является $-Y^1 R^3$,
(где R^3 – C_1-C_6 – алкильная группа, C_1-C_6 – галоалкильная группа, C_2-C_6 – алкенильная группа или C_2-C_6 – алкинильная группа и Y^1 является $-O-$ или $-S-$),



(где R^4 – водородный атом или C_1-C_6 – алкильная группа, R^5 – водородный атом, C_1-C_6 – алкильная группа, C_1-C_6 – галоалкильная группа, C_2-C_6 – алкенильная группа или C_2-C_6 – алкинильная группа, а Y^2 представляет собой $-O-$, $-S-$ или $-NH-$).



(где R^4 , R^5 и Y^1 заданы в виде, указанном выше).



(где $R^6-C_1-C_6$ – алкильная группа, C_1-C_6 – галоалкильная группа, C_2-C_6 – алкенильная группа или C_2-C_6 – алкинильная группа), $R^1-C_1-C_6$ – алкильная группа, R^2 – водородный атом, C_1-C_6 – алкильная группа или C_1-C_6 – галоалкильная группа, X^1 и X^2 , которые могут быть одинаковы или различны, представляют собой галогенные атомы, Y – $-O-$, $-S-$, $-SO-$ или $-SO_2$, а n равно нулю или единице], причем размер 50%-частиц и размер 90%-частиц в совокупном гранулированном составе частиц активного ингредиента составляет 1 мк или менее и 2 мк или менее соответственно; и способу получения указанного пестицидного водного суспензионного концентрата.

3-замещенная производная фенилпиразола по общей формуле (1) представляет собой соединение, описанное в выложенных заявках на патенты Японии NN 3-163063 и 4-211065. В качестве гербицида указанная производная обладает ярко выраженной гербицидной активностью против всех сорных трав, которые наносят вред росту сельскохозяйственных культур на холмистой местности. В частности, при использовании этой производной для защиты зерновых культур (ячмень, овес или рис), она оказывает заметную гербицидную активность, направленную против типичных сорных трав, таких как подмаренник цепкий (*Galium aparine*), звездчатки средней (*Stellaria media*), вероники персидской (*Veronica persica*), ромашки недушистой (*Matricaria inodora*), яснотки пурпурной (*Lamium purpureum*), яснотки (*Lamium amplexicaule*), пастушьей сумки обыкновенной (*Capsella bursapastoris*), болотной (*Rorippa islandica*), ясколки цепкой (*Gerastium viscosum*), мари белой (*Chenopodium album*), горца кустового (*Polygonum longisetum*), горца птичьего (*Polygonum aviculare*).

Гербициды, появившиеся несколько позднее, использовались, как правило, в виде эмульгированного концентрата, смачиваемых порошков, суспензированных концентратов и т.п. В частности, эмульгированные концентраты обладают ярко выраженным гербицидным эффектом.

Однако при подготовке эмульгированных концентратов обойтись без процессов смешивания с органическим растворителем совершенно невозможно, и, как следствие, эмульгированные концентраты характеризуются такими недостатками, как отрицательное воздействие на окружающую среду и опасностью для пользователей. Кроме того, эмульгированные концентраты обладают ярко выраженным биологическим воздействием и, следовательно, часто избирательность их воздействия на зерновые культуры и сорняки оказывается недостаточной.

Смачиваемые порошки лишены указанных недостатков эмульгированных концентратов, однако, как правило, часто уступают по биологическому эффекту эмульгированным концентратам.

С другой стороны, суспензии представляют собой препараты, которые обеспечивают возможность обойти проблемы, связанные с использованием эмульгированных концентратов и смачиваемых порошков. За последние годы было разработано много типов суспензионных концентратов.

Однако суспензии по биологическому эффекту намного уступают эмульгированным кон-

центрам, хотя и не в такой степени как смачиваемые порошки. Особенно этот факт проявляется при использовании малорастворимого или нерастворимого в воде активного ингредиента, в этом случае суспензии существенно уступают эмульгированным концентратам по биологическому эффекту.

3-замещенная производная фенилпиразола по общей формуле (1) весьма слабо растворима в воде, и обычный суспензионный концентрат, содержащий активные ингредиенты частицы при среднем размере зерен порядка 1 мк не оказывает по существу вреда зерновым культурам, однако, по биологическому воздействию уступают эмульгированному концентрату, т.е. доза суспензионного концентрата в 4-8 раз превышает дозу эмульгированного концентрата.

Для решения этих проблем предложено улучшить биологическое воздействие этих суспензий путем выполнения активного ингредиента в виде мелких частиц. Например, был предложен следующий способ:

1) способ, в котором биологическую активность улучшают путем измельчения активного ингредиента до среднего размера измельченных частиц порядка 0,5 мк или менее посредством элементов-измельчителей с диаметром менее 0,5 мм. (Акцептованные заявки на патент Японии NN 63-58802 и 64-7041).

2) способ, в котором повышение уровня биологической активности стабилизирования дисперсии в растворителе достигают путем измельчения активного ингредиента до мельчайших фракций с тем, чтобы точно доводить продукт до требуемого удельного веса и до среднего размера частиц порядка 0,8 мк и менее. (Акцептованная заявка на патент Японии N 3-37483), и

3) способ, в котором уменьшение фитотоксичности по отношению к широколистным зерновым культурам и повышение гербицидной активности достигают путем измельчения размера 90% или более частиц активного ингредиента до 5 мк или менее и доведения среднего размера частиц до 0,3 до 3,0 мк. (Акцептованная заявка на патент Японии N 4-17923).

Однако, хотя эти способы обеспечивают возможность повысить биологическую активность путем тонкого измельчения активного ингредиента, их эффективность с точки зрения промышленного производства весьма невыгодна, поэтому наладить их производство в промышленном масштабе невозможно.

В частности, согласно способу 1 для получения измельченных частиц с заданным размером гранул требуется процесс измельчения в течение длительного времени от 3 до 12 часов путем использования стеклянной дробы, имеющей диаметр от 0,1 до 0,2 мм. Поэтому эффективность производства весьма мала и фактическое производство с экономической точки зрения невозможно.

По способу 2 аналогично способу 1 требуется процесс измельчения в течение длительного времени от 3 до 6 часов путем использования стеклянной дробы с диаметром порядка 1

мм. Согласно способу 3, интервал времени, необходимый для процесса измельчения, неизвестен, однако, аналогично способу 2, используют дробь с диаметром порядка 1 мм, при этом для получения среднего размера частиц порядка 1 мк или менее требуется длительный период времени.

Поэтому, как и способ 1, способы 2 и 3 также не обеспечивают эффективное производство на промышленной основе.

Желательно, чтобы суспензия, содержащая 3-замещенную производную фенилпиразола по общей формуле (1), используемая в качестве активного ингредиента, проявляла бы такую же гербицидную активность, как и эмульгированный концентрат одновременно оставаясь безвредным по отношению к полезным зерновым культурам. Решение этой проблемы традиционными способами отсутствует.

Изобретатели настоящего изобретения серьезно исследовали пути решения этой проблемы и как результат выявили, что, когда измельченные частицы в активном ингредиенте получены с размером 50% частиц в совокупном гранулометрическом составе менее 1 мк и размером 90% частиц в совокупном гранулометрическом составе менее 2 мк путем влажного тонкого измельчения 3-замещенной производной фенилпиразола по общей формуле (1) посредством твердых элементов измельчения с плотностью, превышающей 4 г/см³ и диаметром менее 1 мм и последующим суспендированием в водной среде для получения водного суспензионного концентрата, тогда этот состав проявляет гербицидный эффект, равный эмульгированному концентрату и при этом обладает пониженным уровнем фитотоксичности по отношению к полезным зерновым культурам. Таким образом, настоящее изобретение реализовано. В дальнейшем этот размер 50% частиц в совокупном гранулометрическом составе иногда называется как средний размер частиц.

Типичные соединения, аналогичные 3-замещенной производной фенилпиразола общей формулы (1), т.е. активный ингредиент, приведенные в таблице 1, однако, ими ни в коем случае не ограничивается объем настоящего изобретения.

Общая формула (I):

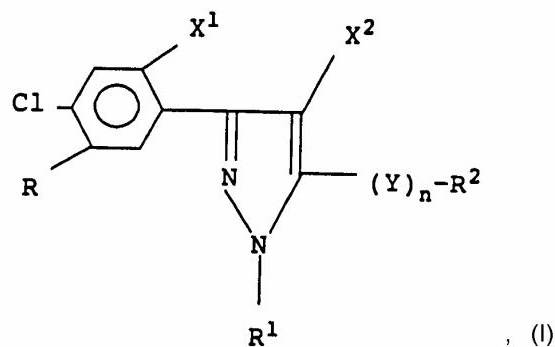


Таблица 1 ($R^1=CH_3$)

№	R	R ²	X ¹	X ²	(Y)n	Физические свойства
1	OCH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	Cl	Cl	S	nD 1,6131(25,3°C)
2	OCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5536(28,4°C)
3	OCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	m.p. 63,7-64,1°C
4	SCH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	Cl	Cl	S	paste
5	SCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 2,0-55,0° C
6	SCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5670(17,9°C)
7	OCH ₂ C≡CH	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 71,5°C
8	OCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 84,0° C
9	OCH ₂ C≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	m.p. 98,0-98,1°C
10	SCH ₂ C≡CH	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 94,5°C
11	SCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 127-129°C
12	SCH ₂ C≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	m.p. 82,8°C
13	OCH ₂ COOCH ₃	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 126,2°C
14	OCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 119,8°C
15	OCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Br	O	m.p. 133,8°C
16	OCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	m.p. 122,8-123,1°C
17	OCH ₂ COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 106,5°C
18	OCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 102,3°C
19	OCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	m.p. 127,6°C
20	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-n}	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 89,7°C
21	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-n}	CHF ₂	F	Cl	O	m. p. 97,6-97,8°C
22	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-i}	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 106, 0°C
23	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-i}	CHF ₂	F	Cl	O	m.p. 120,3-120,5°C
24	OCH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 84,7°C
25	OCH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	m. p. 89,2-89,4°C
26	OCH ₂ COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 119,6°C
27	OCH ₂ COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	m. p. 99,0° C
28	OCH(CH ₃)COOH	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 191-194°C
29	OCH(CH ₃)COOCH ₃	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 90-93°C
30	OCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	m.p. 95,6°C
31	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	Cl	S	nD 1,5763(28,8°C)
32	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5238(25,7°C)
33	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Br	O	nD 1,5396(20,8°C)
34	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	m. p. 67, 0-67,2°C
35	OCH(CH ₃)COOC ₃ H _{7-i}	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 87-90°C
36	SCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5654(19,8°C)

№	R	R ²	X ¹	X ²	(Y)n	Физические свойства
37	SCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5494(25,0°C)
38	SCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5565(28,0°C)
39	SCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5328(18,0°C)
40	NHCH(CH ₃)COOCH ₃	CH ₃	Cl	Cl	S	m.p. 144,2 ⁰ C
41	NHCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	Cl	S	paste
42	NHCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5371 (23,4°C)
43	NHCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5264(26,6°C)
44	COOCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 74,4°C
45	COOCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5350(27,3°C)
46	COOCH ₂ COSCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	
47	COOCH ₂ COSCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	
48	COOCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 57,2°C
49	COOCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5362(23,4°C)
50	COOCH ₂ COSC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5763(20,7°C)
51	COOCH ₂ COSC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5536(27,3°C)
52	COOCH ₂ COOC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5289(24,0°C)
53	COOCH ₂ COOC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	F	Cl	O	
54	COOCH ₂ COSC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5684(20,2°C)
55	COOCH ₂ COSC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	F	Cl	O	
56	COOCH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 45,4°C
57	COOCH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	
58	COOCH ₂ COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 79,3°C
59	COOCH ₂ COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	
60	COOCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5370(25,7°C)
61	COOCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5314(23,0°C)
62	COOCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5672(26,0°C)
63	COOCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5212(14,1°C)
64	COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 78,5°C
65	COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 63,9°C
66	COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5430(17,0°C)
67	COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	S	nD 1,6029(20,1°C)
68	COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1,5446(26,8°C)
69	COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1,5320(21,0°C)
70	OCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	NH	m.p. 80,6°C
71	OCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	NH	т.п. 118,9°C
72	OCH ₂ COOCH ₃	i-C ₃ H ₇	Cl	Cl	-	paste
73	OCH ₂ CH=CH ₂	i-C ₃ H ₇	Cl	Cl	-	paste
74	OCH ₂ C≡CH	i-C ₃ H ₇	Cl	Cl	-	paste
75	SCH ₂ COOCH ₃	t-C ₄ H ₉	Cl	Cl	-	paste
76	OCH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ Br	Cl	Cl	-	paste

nD - нормальные, градусы; m.p. - точка плавления; paste - паста.

Пропорцию активного ингредиента выбирают так, чтобы этот применяемый ингредиент не мог обладать фитотоксичностью по отношению к защищаемым зерновым культурам, однако, мог бы проявлять достаточную гербицидную активность по отношению к сорным травам, отличных от зерновых культур. Обычно пропорцию 3-замещенной производной фенилиразола общей формулы (1) можно должным образом задать в пределах от 0,1 до 20 весовых частей на 100 весовых частей пестицидного водного суспензионного концентрата.

Пестицидный водный суспензионный концентрат, согласно изобретению, можно получить путем смешивания водной среды с упомянутыми выше мелкими частями, полученными путем измельчения активного ингредиента, поверхностно-активного вещества, сгустителя и антифризного вещества. При необходимости можно также включить в этот пестицидный водный суспензионный концентрат антикоагулянт, пеногаситель, антисептик и т. п.

В качестве поверхностно-активного вещества, примененного в настоящем изобретении, например, можно использовать анионные поверхностно-активные вещества, такие как липинсульфонаты, алкиларилсульфонаты, диалкилсульфосукцинаты, полиоксипалин алкил арил эфир сульфаты, алкил фтален сульфонаты и т.п.; и неионные поверхностно-активные вещества типа эфиров полиоксипалин алкил арила, эфиров полиоксипалин стерил фенила, полиоксипалин гликоля, эфиров полиоксипалин алкила, сложных эфиров полиоксипалин алкила и т. п. Такие поверхностно-активные вещества можно использовать индивидуально либо в их смеси.

Указанное выше поверхностно-активное вещество необходимо для эффективного выполнения мокрого тонкого измельчения и оно эффективно стабилизирует дисперсионную систему полученного водного суспензионного концентрата. Пропорция, требуемая для выбора соответствующего количества поверхностно-активного вещества, может быть выбрана в диапазоне от 0,1 до 10 весовых частей на 100 весовых частей водного суспензионного концентрата.

Что касается сгустителя, то можно, например, использовать естественные полисахариды, типа ксантановой смолы, куаровой смолы, гуммиарабиков, альгиновые кислоты и т.п.; неорганические вязкие материалы, такие как бентонит и т.д.; полусинтетические вязкие материалы, такие как карбоксиметилцеллюлоза, гидроксипалинцеллюлоза и т.д. и синтетические вязкие материалы типа поливиниловых спиртов, поливинилпирролидоновых, карбоксипалиниловых полимеров и т.д. Использование этих полимеров можно осуществлять отдельно или в их смеси. Соответствующее количество применяемого сгустителя задается в интервале от 0,01 до 10 весовых частей.

Использование антифризного вещества особо не оговаривается. Например, такие гликоли как этиленгликоль, пропиленгликоль и т.п. можно использовать для этой цели. Количество, примененного антифризного вещества может задаваться в интервале от 0 до 20 весовых частей.

В качестве элементов измельчения активного ингредиента до уровня среднего размера частиц менее 1 мк, можно использовать любой элемент-измельчитель при условии, что он обладает плотностью, превышающей 4 г/см^3 и имеет диаметр менее 1 мм. Например, можно использовать такие элементы для измельчения, как керамические шарики, ZrO_2 -шарики высокой чистоты и т. п.

Плотность этих элементов измельчения в значительной мере влияет на эффективность измельчения. Плотность, примененной стеклянной дробы, как правило, составляет 3 г/см^3 и менее и при этом несущественно отличается от плотности измельчаемого материала, так что эффективность измельчения мала и приводит к весьма продолжительному времени для помола. Когда диаметр элемента-измельчителя превышает 1 мм, промежутки между ними становятся такими по ширине, что получение тонкого измельчения до уровня среднего размера частицы менее 1 мм получить невозможно.

Мокрый тонкий помол можно проводить при помощи обычной мельницы без наличия каких-либо особых условий, исключая применение упомянутых в качестве примера твердых средств.

Предварительное измельчение активного ингредиента позволяет улучшить эффективность тонкого измельчения, хотя эта степень измельчения зависит от физических свойств обрабатываемого материала (активный ингредиент).

Примеры

Типичные примеры, сравнительные примеры и контрольные примеры настоящего изобретения описаны далее по тексту, но их не следует толковать как ограничение объема прав по данному изобретению.

В этих типичных и сравнительных примерах все части представляют в весовых частях.

Пример 1.

3,0 части диоксида сульфосукцината, 6,0 частей полиоксиэтилена фенил алкиларил эфир сульфата, 10,0 частей пропилен гликоля, 0,1 часть бензоизотиазолина и 0,5 частей кремниевой эмульсии смешали с 77,5 частями воды для получения раствора. Затем 2,5 части состава N 19, измельченного в сухом виде до среднего размера частиц порядка 21 мк, были диспергированы и смешаны до получения окончательной смеси.

Такая смесь, полученная путем диспергирования, была загружена внутрь мельницы типа "ДИНО-МИЛЛ" модели КДЛ (Выпускается фирмой "Бачофен Ко., Лтд), оснащенную сосудом емкостью 350 мл керамических шариков с размером частиц порядка 0,3 мм и плотностью 6 г/см^3 (Тип "Торайкер", выпускаемый фирмой Торэй Индастриз Инк.) и подвергли мокрому помолу при частоте вращения смесителя порядка 2000 об/мин. Отбор проб проводили в заданные интервалы времени, т.е. как пробы-индикаторы изменения размера частиц по истечении определенного промежутка времени.

Пример 2.

Мокрый помол проводили аналогично примеру 1 за исключением того, что изменили раз-

мер частиц керамических шариков до 0,6 мм. Отбор проб проводили в заданные интервалы, т.е. как пробы-индикаторы изменения размера частиц по истечении определенного промежутка времени.

Пример 3.

Вместе с 99,6 частями суспензии, полученной путем мокрого помола в течение 30 минут аналогично примеру 1, смешали равномерно 0,4 части ксантановой смолы для получения суспензионного концентрата состава N 19, обладающего средним размером частиц порядка 0,3 мк.

Сравнительный пример 1.

Мокрый помол провели аналогично примеру 1 за исключением того, что использовали вместо керамических шариков стеклянную дробь с размером частиц порядка 0,3 мм и при плотности порядка 2,3 г/см³. Отбор проб осуществляли в заданные интервалы времени, т.е. как пробы-индикаторы изменения размера частиц по истечении определенного промежутка времени.

Сравнительный пример 2.

Вместе с 99,6 частями суспензии, полученной путем мокрого помола в течение 150 минут аналогично процедуре сравнительного примера 1 произвели однородное перемешивание с 0,4

частями ксантановой смолы для получения суспензионного концентрата состава N 19, имеющего средний размер частиц порядка 3,3 мк.

Сравнительный пример 3.

2,5 грамма состава N 19, 10 частей И-метил-2-пирролидона, 80 частей солвессо 200 (выпускаемого фирмой Эксон Кемикэд Ко., Лтд) и 10 частей SP-3005X (выпускаемого фирмой Текке Касаки К.К.) смешали вместе для повышения растворимости, в результате этого получили эмульгированный концентрат, содержащий 2,5% состава N 19.

Контрольный пример 1.

Размер частиц активного ингредиента каждой из проб, выбранных в примерах 1 и 2, измерили лазерным гранулометром (LPA-3000, изготовленного фирмой ОТСУКА ЭЛЕКТРОНИКС КО ЛТД.) и счетчиком Коултера типа гранулометра (Счетчик частиц типа ELZONE, выпускаемый фирмой "Партикл Дейта Ко., Лтд).

Для сравнения, размер частиц активного ингредиента каждой из проб, отобранных в сравнительном примере 1, измерили аналогично указанному выше способу.

Полученные результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2

Время помола (мин.)	Пример 1 (в мк)		Пример 2 (в мк)		Сравнительный пример 1 (в мк)	
	50%	90%	50%	90%	50%	90%
0	21,0	-	21,0	-	21,0	-
10	1,0	5,2	3,0	7,8	10,5	18,5
20	0,5	1,3	1,0	3,5	7,6	15,3
30	0,3	0,8	0,5	1,0	7,3	14,7
40	0,3	0,8	0,4	0,9	6,6	12,8
50	0,2	0,7	0,3	0,7	6,0	12,0
60	0,2	0,6	0,2	0,7	5,5	12,0
90	0,15	0,6	0,2	0,6	4,7	12,4
120	0,15	0,6	0,15	0,6	4,3	12,1
150	0,15	0,6	0,15	0,6	3,3	10,6
180	0,15	0,6	0,15	0,7	2,0	9,7
240	0,15	0,6	0,15	0,7	1,5	8,2

Как показано в таблице 2. время, необходимое для того, чтобы размер 50% частиц и размер 90% частиц в совокупном гранулометрическом составе частиц активного ингредиента были уменьшены до размера менее чем 1 мк и менее, чем 2 мк соответственно, путем использования мокрого тонкого помола, составляет 20 минут для примера 1 и 30 минут для примера 2. С другой стороны, как это следует из сравнительного примера 1, активный ингредиент не доходит при помоле до размера частиц указанных выше пределов даже при помоле в течение 240 минут.

Контрольный пример 2.

Пластмассовый резервуар диаметром 12 см и высотой 12 см заполнили просеянной поч-

вой возвышенных мест и засеяли пшеницей, подмаренником цепким (*Galium aparine*) и вероникой персидской (*Veronica persica*) на глубину 1 см, с последующим возвращением этих растений в теплице.

После того, как пшеница достигла 3 фазы распускания листьев, а подмаренник цепкий и вероника персидская подросли до 1 фазы распускания листьев, их стебли и листья равномерно обработали пылеобразной смесью, содержащей заданную концентрацию каждого из препаратов, полученных в примере 3 и сравнительных примерах 2 и 3 при объеме пылеобразной жидкости порядка 300 литров на гектар с использованием лабораторного распылителя.

После обработки препаратом растения выращивались в теплице в течение 14 дней и при этом фитотоксичность по отношению к пшенице и гербицидное воздействие на сорняки можно было визуально определить в пределах от нуля

(отсутствие фитотоксичности или отсутствие гербицидного воздействия) до 100 соответственно (полностью убитых).

Указанные результаты приведены в таблице 3.

Таблица 3

Препарат	Доза (г/гектар)	Фитотоксичность Пшеница	Гербицидная активность	
			Подмаренник цепкий	Вероника персидская
Пример 3	5	0	100	100
	10	0	100	100
Сравнительный пример 2	5	0	50	10
	10	0	97	90
Сравнительный пример 3	5	0	100	100
	10	8	100	100

Как показано в таблице 3, водный суспензионный концентрат, согласно изобретению, не обладает фитотоксичностью по отношению к пшенице, однако проявляет ярко выраженный

гербицидный эффект по отношению к сорнякам. По своему гербицидному воздействию он полностью соответствует эмульгированному концентрату.

Тираж 50 экз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»
Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101
(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03