



(51) МПК
A01N 25/12 (2006.01)
A01N 25/08 (2006.01)
A01N 43/40 (2006.01)
A01P 13/00 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010134762/15, 04.02.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 04.02.2009

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
 05.02.2008 US 61/026,328

(43) Дата публикации заявки: 20.03.2012 Бюл. № 8

(45) Опубликовано: 27.07.2013 Бюл. № 21

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: US 5714439 A, 03.02.1998. US 6869914 B2,
 22.03.2005. UA 42076 C2, 15.10.2001.
 EP 0048226 A1, 24.03.1982. Patrick J. DiMauro
 "Highly dispersible silica in non-tire
 formulations". Rubber World. 1 Sep, 2000.

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
 национальной фазе: 06.09.2010

(86) Заявка РСТ:
 US 2009/033024 (04.02.2009)

(87) Публикация заявки РСТ:
 WO 2009/100101 (13.08.2009)

Адрес для переписки:

190000, Санкт-Петербург, ул. Малая
 Морская, 15, офис 5, BOX 1125, ООО
 "ПАТЕНТИКА", М.И.Ниловой

(72) Автор(ы):

ГАЙТАН Джесси Х. (US),
 СЕККИНДЖЕР С. Стивен (US),
 ТЁРНЕР Осборн Дж. IV (US)

(73) Патентообладатель(и):

АРИСТА ЛАЙФСАЙЕНС НОРС
 АМЕРИКА, ЛЛС (US)

(54) ТВЕРДЫЙ СОСТАВ ЛЕГКОПЛАВКОГО АКТИВНОГО СОЕДИНЕНИЯ

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к пестицидным твердым составам, содержащим легкоплавкое активное соединение, которое представляет собой сложный эфир флуороксипира, в частности флуороксипир-метил. При этом частицы легкоплавкого активного соединения импрегнированы частицами агента для придания сыпучести в соотношении 5:1. Также пестицидный твердый состав содержит твердый разбавитель и представляет собой гомогенную смесь.

Изобретение также может содержать диспергирующий агент, связующий агент, регулятор рН, увлажняющий агент, пеногаситель, причем указанный твердый состав может находиться в форме гранулы с содержанием влаги в количестве менее чем примерно 5%. Кроме того, изобретение относится к способам получения пестицидного твердого состава и его применения для контроля нежелательных вредителей. Данное изобретение обеспечивает возможность получения твердых составов флуороксипира. 5

RU 2 4 8 8 2 7 0 C 2

RU 2 4 8 8 2 7 0 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
A01N 25/12 (2006.01)
A01N 25/08 (2006.01)
A01N 43/40 (2006.01)
A01P 13/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2010134762/15, 04.02.2009**

(24) Effective date for property rights:
04.02.2009

Priority:

(30) Convention priority:
05.02.2008 US 61/026,328

(43) Application published: **20.03.2012 Bull. 8**

(45) Date of publication: **27.07.2013 Bull. 21**

(85) Commencement of national phase: **06.09.2010**

(86) PCT application:
US 2009/033024 (04.02.2009)

(87) PCT publication:
WO 2009/100101 (13.08.2009)

Mail address:

**190000, Sankt-Peterburg, ul. Malaja Morskaja, 15,
ofis 5, VOKh 1125, OOO "PATENTIKA",
M.I.Nilovoj**

(72) Inventor(s):

**GAJTAN Dzhessi Kh. (US),
SEKKINDZHER S. Stiven (US),
TERNER Osborn Dzh. IV (US)**

(73) Proprietor(s):

**ARISTA LAJFSAJENS NORS AMERIKA, LLS
(US)**

(54) SOLID COMPOSITION OF LOW-MELTING ACTIVE COMPOUND

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.
SUBSTANCE: present invention relates to pesticidal solid compositions which contain a low-melting active compound which is a fluroxypyr ester, particularly fluroxypyr-meptyl. Particles of the low-melting active compound are impregnated with particles of a loosening agent in ratio of 5:1. The solid pesticidal composition contains a solid diluent and is a homogeneous mixture. The invention can

also contain a dispersant, a binding agent, a pH regulator, a wetting agent and an antifoaming agent, wherein said solid composition can be in form of granules with moisture content of less than about 5%. The invention also relates to methods of producing a solid pesticidal composition and use thereof to control pests.

EFFECT: present invention enables to obtain solid fluroxypyr compositions.

20 cl, 7 dwg, 4 tbl, 3 ex

RU 2 488 270 C2

RU 2 488 270 C2

Настоящая заявка испрашивает приоритет согласно предварительной заявке на патент США №61/026,328, поданной 5 февраля 2008 г., которая полностью включена в настоящую заявку посредством ссылки.

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Настоящее изобретение относится к твердым составам легкоплавких активных соединений. В частности, изобретение относится к твердым составам, содержащим легкоплавкие активные соединения, обладающие пестицидной активностью, включая гербициды, такие как флуроксипир.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ Соединения, обладающие пестицидной активностью, часто представлены в виде смесей, или составов, направленных на то, чтобы облегчить применение активного соединения. Пестицидные составы в целом можно классифицировать либо по физическому состоянию состава и/или по способу, посредством которого состав может быть применен по отношению к сельскохозяйственной культуре или на участке посева сельскохозяйственной культуры. Например, пестицидные составы могут существовать в виде жидких или твердых составов, которые могут быть также далее подразделены. Например, жидкие пестицидные составы могут быть в форме растворов (например, смесей двух или более жидких веществ, таких как жидкое активное соединение и жидкий носитель); эмульгируемых концентратов (например, активное соединение, солюбилизированное в эмульгирующем агенте, смешивающемся с водой); и текучие суспензии (например, активное соединение, смешанное с твердым носителем или разбавителем и суспендированное в воде для получения густой суспензии, смешиваемой с водой). Примеры твердых пестицидных составов включают смачивающиеся порошки (например, активное соединение, объединенное с инертным носителем, таким как глина, в мелкодисперсном состоянии) и экструдированные гранулы (например, активное соединение, смешанное с разбавителями и другими компонентами и экструдированное с образованием пеллет или гранул).

Выбор пестицидного состава может основываться на ряде соображений, направленных на повышение пригодности состава, включая простоту применения на обрабатываемом участке; простоту в обращении и при транспортировке; эффективность активного вещества в составе; безопасность в обращении с составом; равномерность распределения на обрабатываемом участке; и контроль сноса пестицида и летучести. Твердые составы часто являются предпочтительным типом составов, поскольку твердые составы обладают многочисленными преимуществами в отношении вышеизложенных соображений. Например, твердые составы, как правило, легко перевозить, хранить, и применять, в частности, в форме гранул или пеллет. Более того, твердые составы зачастую легче использовать (т.е. применять на обрабатываемом участке), поскольку они редко требуют сложного перемешивания, которое может потребоваться в некоторых случаях для жидких составов.

В некоторых случаях, возможность формирования составов для некоторых активных соединений может быть ограничена физическими и/или химическими свойствами самих активных соединений. Например, для многих активных соединений разработаны составы в виде жидкостей, поскольку низкая температура плавления активных соединений чрезмерно усложняет, или даже делает невозможной, формирование стабильной, эффективной твердой формы состава. Согласно настоящему изобретению предложены твердые составы легкоплавких активных соединений, в частности, соединений, использование которых ранее было ограничено применением в виде жидких составов.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Согласно одному аспекту, в соответствии с настоящим изобретением предложен твердый состав, содержащий легкоплавкое активное соединение. В некоторых вариантах реализации, твердый состав содержит легкоплавкое активное соединение, агент для придания сыпучести, и разбавитель. В конкретных вариантах реализации, легкоплавкое активное соединение - это активное соединение, обладающее пестицидной активностью, в частности, гербицидной активностью, такое как флуороксибир в форме кислоты или сложного эфира. Индивидуальные компоненты твердого состава могут присутствовать в определенных количествах. Например, твердый состав может содержать примерно от 10% по массе до примерно 70% по массе легкоплавкого активного компонента. Твердый состав может содержать примерно от 2% до примерно 15% по массе агента для придания сыпучести. Твердый состав может содержать примерно от 30% по массе до 80% по массе твердого разбавителя. В конкретных вариантах реализации, агент для придания сыпучести содержит кремнийсодержащий материал, в частности, гидрофобный диоксид кремния. В частных вариантах реализации, легкоплавкое активное соединение находится в форме частиц (например, в кристаллической форме или аморфной форме в виде частиц) и агент для придания сыпучести находится в форме частиц. Частицы легкоплавкого активного компонента в частности могут быть импрегнированы частицами агента для придания сыпучести. Предпочтительно, частицы агента для придания сыпучести практически полностью покрывают частицы легкоплавкого активного компонента и таким образом формируют покрытие на нем.

В дополнение к вышеперечисленным компонентам, твердый гербицидный состав согласно настоящему изобретению может содержать различные компоненты, способствующие формированию твердого материала и/или способствующие приданию твердому материалу различных свойств для использования в целях обработки растений. Предпочтительно, состав содержит одно или более соединений, способствующих формированию твердого состава. Такие дополнительные соединения могут быть выбраны из, например, диспергирующих агентов, увлажняющих агентов, связующих агентов, пеногасителей, и регуляторов pH.

В одном варианте реализации, согласно настоящему изобретению предложен твердый состав, содержащий легкоплавкое активное соединение в форме частиц, агент для придания сыпучести в форме частиц, и твердый разбавитель. В частности, частицы легкоплавкого активного соединения могут быть импрегнированы частицами агента для придания сыпучести. Более того, твердый состав может быть приготовлен с содержанием влаги менее, чем примерно 5% по массе. Легкоплавкое активное соединение и агент для придания сыпучести могут присутствовать в определенном массовом соотношении, таком как примерно от 7:1 до примерно 3:1. Твердый состав может содержать одно или более дополнительных активных соединений, которые могут быть, в частности, соединениями с пестицидной активностью.

В конкретном варианте реализации, настоящее изобретение относится к твердому составу, содержащему: (а) примерно от 10% по массе до примерно 70% по массе легкоплавкого активного соединения; (б) примерно от 2% по массе до примерно 15% по массе агента для придания сыпучести; (в) примерно от 10% по массе до примерно 80% по массе разбавителя; (г) примерно от 2% по массе до примерно 20% по массе диспергирующего агента; (д) примерно от 1% по массе до примерно 15% по массе связующего агента; (е) примерно от 0,1% по массе до примерно 5% по массе регулятора pH; (ж) до примерно 5% по массе увлажняющего агента; и (з) до

примерно 5% по массе пеногасителя. Твердый состав, в частности, может быть в форме гранул с содержанием влаги менее, чем примерно 5% по массе.

В другом аспекте, согласно настоящему изобретению также предложены способы получения твердых гербицидных составов, описанных в настоящем описании. Способ, в частности, позволяет достичь особых преимуществ, поскольку делает возможным формирование твердого материала с использованием активных соединений, использование которых традиционно ограничивалось применением в жидких составах вследствие их низкой температуры плавления.

В одном варианте реализации, способ согласно настоящему изобретению включает следующие стадии: а) связывание соединения, обладающего гербицидной активностью, с агентом для придания сыпучести; б) объединение связанного флуороксипира с разбавителем и одним или более вспомогательными веществами с формированием гомогенной смеси; в) измельчение гомогенной смеси с образованием частиц; г) перемешивание частиц в присутствии увлажняющего агента для получения экструдированной смеси; и д) формирование смеси для получения твердого гербицидного состава.

Согласно другому варианту реализации, способ согласно настоящему изобретению включает следующие стадии: а) перемешивание легкоплавкого активного соединения в форме частиц с агентом для придания сыпучести в форме частиц под действием высокого сдвигающего усилия или воздействия для импрегнирования частиц легкоплавкого активного соединения частицами агента для придания сыпучести с формированием связанных частиц легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести;

б) объединение связанных частиц легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести с разбавителем и одним или более вспомогательными веществами твердого состава с образованием гомогенной смеси; в) измельчение гомогенной смеси для образования частиц; и г) дальнейшая обработка частиц для получения твердой поставляемой формы. Стадия смешивания а) в частности, может включать смешение легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести и пропускание смешанного материала через измельчительное устройство, такое как молотковая мельница. В конкретных вариантах реализации, следует отметить, что все количество агента для придания сыпучести, используемого в приготовлении твердого состава, используют на стадии перемешивания а).

В одном конкретном варианте реализации, способ согласно настоящему изобретению включает следующие стадии: а) перемешивание примерно от 10% по массе до примерно 70% по массе легкоплавкого активного соединения в форме частиц с примерно от 2% по массе до примерно 15% по массе агента для придания сыпучести в форме частиц под действием высокого сдвигающего усилия или воздействия для импрегнирования частиц легкоплавкого активного соединения частицами агента для придания сыпучести с формированием связанных частиц легкоплавкого активного соединения и диоксида кремния; б) объединение связанных частиц легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести с примерно от 10% по массе до примерно 80% по массе разбавителя, примерно от 2% по массе до 25% по массе диспергирующего агента, примерно от 1% по массе до примерно 15% по массе связующего агента, примерно от 0,1% по массе до примерно 5% по массе регулятора рН, и до примерно 5% по массе увлажняющего агента с формированием гомогенной смеси; в) измельчение гомогенной смеси с образованием частиц; и г) дальнейшая обработка частиц с пеногасителем в количестве вплоть до примерно 5% по массе для

получения твердой поставляемой формы. Все процентные соотношения основаны на конечной массе полученного твердого состава.

Согласно другому аспекту, настоящее изобретение также относится к смесям пестицидных гранул. В одном варианте реализации, изобретение относится к смеси, содержащей две или более группы различных твердых пестицидных гранул, при этом одна из групп содержит твердый состав легкоплавкого активного соединения, как описано в настоящем описании. Другая группа/группы твердых пестицидных гранул может содержать пестицид, отличный от легкоплавкого активного соединения.

Согласно еще одному аспекту, в настоящем изобретении также предложены различные способы обработки с использованием твердых препаративных форм легкоплавких активных соединений. Например, в одном варианте реализации, согласно настоящему изобретению предложен способ контроля нежелательных (сельскохозяйственных) вредителей на ограниченных участках. В частности, способ может включать применение на ограниченном участке соединения, обладающего пестицидной активностью, при этом, перед применением соединение, обладающее пестицидной активностью, находится в форме твердой сельскохозяйственной композиции, как указано в настоящем описании. Поскольку легкоплавкие активные соединения предлагаются в твердой поставляемой форме, способы согласно изобретению обеспечивают наиболее простой метод применения легкоплавкого активного соединения. Таким образом, твердые композиции могут быть использованы в способах, включающих их применение на разнообразных участках. Например, твердые составы легкоплавких активных компонентов могут находить различное применение в сельском хозяйстве и лесоводстве, могут применяться на полосах отвода и придорожных полосах, могут использоваться в аквакультуре, а также в управлении фитоценозами, могут применяться для обработки газонов и декоративных растений, и могут использоваться на посевных площадях, на землях, не находящихся под культурой, а также могут применяться в частных домах и садах. Разумеется, вышесказанное представляет собой только характерные примеры множества применений твердых составов, относящихся к настоящему изобретению, каждое из которых включено в настоящее раскрытие.

СХЕМА ЧЕРТЕЖЕЙ

Ниже приведены ссылки на прилагаемые графические материалы, необязательно представленные в соответствующем масштабе, где

ФИГ.1 представляет собой микрофотографию кристалла флуроксипира;

ФИГ.2 представляет собой микрофотографию частиц диоксида кремния;

ФИГ.3 представляет собой микрофотографию кристалла флуроксипира, покрытого частицами диоксида кремния после смешения по действием высокому сдвигающего усилия кристаллов флуроксипира и частиц диоксида кремния для облегчения внедрения кремниевых частиц в кристаллы флуроксипира;

ФИГ.4 представляет собой график, иллюстрирующий контроль сорного растения кохии с использованием 40% состава флуроксипира в виде ССГ в соответствии с изобретением, с различными добавками или без добавок, или известного жидкого эмульгируемого концентрата состава флуроксипира;

ФИГ.5 представляет собой график, иллюстрирующий контроль сорного растения гречихи с использованием 40% состава флуроксипира в виде ССГ в соответствии с изобретением, с различными добавками или без добавок, или известного жидкого эмульгируемого концентрата состава флуроксипира;

ФИГ.6 представляет собой график, иллюстрирующий контроль сорного растения

чертополоха с использованием 40% состава флуроксипира в виде ССГ в соответствии с изобретением, с различными добавками или без добавок, или известного жидкого эмульгируемого концентрата состава флуроксипира; и

5 ФИГ.7 представляет собой график, иллюстрирующий контроль сорного растения льна с использованием 40% состава флуроксипира в виде ССГ в соответствии с изобретением, с различными добавками или без добавок, или известного жидкого эмульгируемого концентрата состава флуроксипира.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

10 Далее настоящее изобретение описано более подробно с ссылками на различные варианты реализации. Данные варианты реализации предоставлены с целью детального раскрытия настоящего изобретения во всей полноте, и передачи изобретения во всем объеме специалисту в данной области техники. Действительно, изобретение может быть реализовано многими различными вариантами и не должно
15 быть истолковано как ограниченное вариантами реализации, изложенными в настоящем описании; кроме того, данные варианты реализации предоставлены для соответствия настоящего описания законодательным требованиям. При описании терминологии и в прилагаемой формуле изобретения, формы единственного числа
20 включают множественные объекты, если только обратное не следует явно из контекста.

Как отмечено выше, множество активных соединений могут быть получены в виде составов только в жидком состоянии. Настоящее изобретение обеспечивает
25 возможность получения составов таких активных компонентов в твердом состоянии, в виде гранул, пеллет, и т.п. Гербицид флуроксипир - один из примеров.

Флуроксипир (4-амино-3,5-дихлоро-6-фторо-2-пиридилоксиуксусная кислота) известен в качестве соединения, обладающего гербицидной активностью и
используется в различных гербицидных жидких составах. В таких составах,
30 флуроксипир обычно находится в виде сложного эфира, такого как бутокси-метилэтил (бутометил) или метилгептил (мептил) сложные эфиры. Такие сложные эфиры хорошо растворяются в органических растворителях. Поэтому до сих пор известные составы флуроксипира изготавливались в виде жидких составов.

Например, HURLER[®] (Barclay Plant Protection) является эмульгируемым жидким
35 концентратом, состоящим из 20,6% по массе флуроксипир-мептила и в остальном из поверхностно-активных веществ и растворителей. CLEANWAVE[®] (Dow AgroSciences) является жидким составом, состоящим из 20,2% по массе флуроксипир-мептила, 1,9% по массе аминокрилат триизопропаноламония, и 77,9% по массе ароматического
40 растворителя (включая нафталин) и метилового эфира дипропиленгликоля.

STARANE[®] (Dow AgroSciences) - жидкий состав, состоящий из 26,2% по массе флуроксипир-мептила и 73,8% по массе инертных ингредиентов, включая 1-метил-2-пирролидон и растворитель бензинового типа (включая нафталин).

45 ТОМАНАВК[®] (Makhteshim-Agan Ltd.) - жидкий состав, состоящий из 28-31% по массе флуроксипир-мептила и 60-65% по массе ароматического растворителя (включая нафталин).

Хотя известны жидкие составы легкоплавких активных соединений, таких как флуроксипир, было бы желательным иметь твердые составы, содержащие активные
50 соединения, имеющие низкую температуру плавления. Множество факторов влияет на возможность получения активного соединения в определенной форме или составе. Например, устойчивость при хранении и суспендируемость твердых составов, таких как смачивающиеся порошки (СП) и смачивающиеся сухие гранулы (СГ или ССГ),

обычно требуют дисперсных частиц малого размера, содержащих активный ингредиент. Достижение такого довольно малого размера частиц может потребовать уменьшения размера частиц состава (например, размола) при помощи молотковой мельницы, мельницы с передаточным звеном, воздушной мельницы, и сочетания
5 вышеуказанных и им подобных устройств. При использовании активных соединений с относительно низкой температурой плавления, обычно ниже 100°C при обычном атмосферном давлении, непосредственный размол (как используется в уровне техники) отдельно твердого активного соединения, может быть затруднен вследствие
10 плавления или размягчения активного соединения в процессе размола.

Настоящее изобретение преодолевает ограничения известные в уровне техники путем обеспечения сухих, твердых составов, содержащих активные соединения, в частности пестициды, и далее в частности гербициды (такие как флуороксибир в виде кислоты или сложных эфиров). Это позволяет достичь ряда преимуществ, так как
15 твердый состав упрощает хранение, транспортировку и обращение с активным соединением в виде указанного состава. Более того, твердый состав согласно настоящему изобретению, обладает преимуществами, так как может быть легко смешан с другими составами, предложенными в твердой форме. В частности, для определенных пестицидов является общепринятым наличие предпочтительных
20 партнеров для смешения (т.е. других пестицидов, которые при объединении обеспечивают благоприятный эффект). В настоящем описании термин пестицид включает акарициды (или майтициды), альгициды, авициды, бактерициды, фунгициды, гербициды, инсектициды, моллюскициды, нематоциды, родентициды и вируциды.

Согласно одному аспекту изобретения предложен твердый состав, содержащий активное соединение, обладающее низкой температурой плавления. Такие соединения в настоящем описании называются «легкоплавкие соединения», т.е. термином, являющимся общепризнанным в данной области техники, в частности, в области
30 пестицидных композиций. В частности, легкоплавкое активное соединение согласно настоящему изобретению - это соединение с температурой плавления ниже, чем примерно 100°C, ниже, чем примерно 90°C, ниже, чем примерно 85°C, ниже, чем примерно 80°C, ниже, чем примерно 75°C, или ниже, чем примерно 70°C. В определенных вариантах реализации, легкоплавкое соединение согласно
35 изобретению, - это соединение с температурой плавления в диапазоне примерно от 20°C до примерно 100°C. В конкретных вариантах реализации, легкоплавкое соединение - это соединение с температурой плавления в диапазоне примерно от 25°C до примерно 100°C, примерно от 30°C до примерно 100°C, примерно от 30°C до
40 примерно 90°C, примерно от 30°C до примерно 80°C, примерно от 30°C до примерно 70°C, примерно от 40°C до примерно 90°C, примерно от 40°C до примерно 80°C, примерно от 50°C до примерно 90°C, примерно от 50°C до примерно 80°C, или примерно от 50°C до примерно 70°C.

Любое активное соединение, являющееся легкоплавким соединением, как описано
45 выше, может быть использовано в составе согласно настоящему изобретению. В частности, настоящее изобретение включает любое легкоплавкое соединение, обладающее пестицидной активностью, включая легкоплавкие акарициды (или майтициды), легкоплавкие альгициды, легкоплавкие авициды, легкоплавкие
50 бактерициды, легкоплавкие фунгициды, легкоплавкие гербициды, легкоплавкие инсектициды, легкоплавкие моллюскициды, легкоплавкие нематоциды, легкоплавкие родентициды и легкоплавкие вируциды.

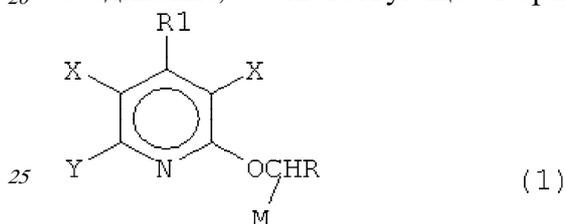
Легкоплавкие соединения, пригодные согласно настоящему изобретению, могут

включать любое легкоплавкое соединение из группы соединений, включающей ацетанилиды, амиды, амидины, анилиды, ариламинопропионовые кислоты, арилаланины, арилоксикарбоновые кислоты, арилоксифеноксипропионаты, азорилы, бензилаты, бензофураны, бензойные кислоты, бензоилциклогександионы, бензофуранил алкилсульфонаты, бензотиазолы, бензоксазолы, бензоилпиразолы, биридилиды, карбаматы, карбанилаты, карбоксамиды, хлорацетамиды, хлорацетанилиды, хлортриазины, циклодиены, циклогександионы, оксимы циклогексана, циклопропилизоксазолы, дикарбоксимиды, динитроанилины, динитрофенолы, простые дифениловые эфиры, дитиокарбаматы, дитиоланы, глицины, галогензамещенные алифатические углеводороды, имидазолы, имидазолиноны, изоазолидиноны, метокситриазины, метилтиотриазины, неоникотиноиды, нитрилы, нитроанилины, нитрофенилэфиры, N-фенилфталимиды, мышьяк-органические соединения, органофосфаты, фосфорорганические соединения, оксадиазины, оксадиазолиноны, оксазолы, оксацетамиды, феноксиалканоловые кислоты, фенил карбаматы, мочевины, фенокси соединения (включая замещенные фенокси соединения), феноксиуксусные соединения, феноксимасляные соединения, феноксикарбоновые кислоты, феноксипропионовые соединения, фениламиды, фенилэтилендиамины, фенилпиразолы, фенилпиридазины, фенилмочевины, фосфиновые кислоты, фосфородитиоаты, фталевые кислоты, пиколиновые кислоты, пиразолы, пиретроиды, пиридазины, пиридазиноны, пиридины, пиридиновые карбоновые кислоты, пиримидинамины, пиримидинилоксибензойные кислоты, пиримидинилтиобензойные кислоты, четвертичный аммонивые соединения, хинолиноны, хинолиновые карбоновые кислоты, стробилурины, сульфонамиды, сульфонилиды, сульфонаминокарбонилтриазолиноны, сульфонилмочевины, тетразолиноны, тиadiaзолы, тиadiaзолилмочевины, тиокарбаматы, тиокарбонаты, тиомочевины, триазины, триазолы, триазолоны, триазиноны, триазолопиримидины, трикетоны, урацилы, и мочевины (включая замещенные мочевины). Разумеется, изобретение не ограничивается соединениями вышеуказанных классов, и любое легкоплавкое соединение может быть использовано.

Конкретные, неограничительные примеры легкоплавких соединений, пригодные согласно настоящему изобретению, включают следующие: ацефат, ацехиноцил, ацетохлор, аклонифен, акринатрин, алахлор, аланикарб, алдрин, амитраз, аметрин, анилофос, азаметифос, азинфос, бeфлюбутамид, беналаксил, бенфлюралин, бенфуресат, бенсулид, бенсультап, бензоксимат, бифенокс, бифентрин, бинапакрил, бифенил, бромпропилат, бромуконазол, бупиримат, бутокарбоксим, бутксикарбоксим, бутралин, бутроксидим, карбоксин, хлоруксусную кислоту, хлорпрофам, хлорпирифос, клодинафоп, кломазон, циклоксидим, цифлюфенамид, цифлюотрин, цигалофоп, циперметрин, ципродинил, диаммоний этиленбис (дитиокарбамат), диклофоп, дикофол, дифеноконазол, дифлюметорим, димепиперат, диметахлор, диметаметрин, диметоат, диметилвинфос, динобутон, дифениламин, дитиопир, ДНОК (4,6-динитро-о-крезол), ЕФН (О-этил О-4-нитрофенил фенилфосфонотиоат), эсфенвалерат, этиальфлюралин, этиофенкарб, этофуместат, этихлозат, этобензанид, этофенпрокс, фамфур, фенамифос, феназаквин, фенобукарб, фенотиокарб, феноксанил, феноксапроп, феноксикарб, фенпропатрин, фентразамид, фенвалерат, флампроп-М, флюфенацет, флюмиклорак, фторгликофен, флюренол, флюрохлоридон, флуроксипир, флюсилазол, галоксифоп-П, гимексаол, имазалил, имибенконазол, инданофан, индоксакарб, ипконазол, изопрокарб, изопропил О-(метоксиаминотиофосфорил)салицилат, изопротиолан, лактофен, линурон, МСРА-

тиоэтил, мекопроп, мепронил, металаксил, метамифоп, метазахлор, метамидофос, метидатион, метомил, метоксихлор, метилдимрон, метил изотиоцианат, монокротофис, монолинурон, миклобутанил, налед, напропамид, нитенпирам, нитрапирин, нитротал-изопропил, оксадиазон, оксифлюорофен, пенконазол, пендиметалин, пентанохлор, перметрин, петоксамид, 2-фенилфенол, фосалон, фосмет, пикоксистробин, пиримикарб, плюхлоралин, примикар, прохлораз, прометон, пропахлор, пропамокарб гидрохлорид, пропанил, пропаквизафоп, профам, пропоксюр, проквиназид, пиракlostробин, пиразофос, пирибутикарб, пиридафентион, пиридат, пириметанил, пиримидифен, пирипроксифен, квиналфос, квизалофоп, ресметрин, силтиофам, симетрин, тебуфенпирад, тефлюотрин, темефос, тепралоксидим, тетраметрин, тенилхлор, тиазопир, тиофнокс, толклофос, толфенпирад, трансфлюотрин, триаконтанол, триадимефон, триаллат, триазамат, трихлорфон, трифлорсистробин, трифумизол, трифлюоралин, тринексапак, вимидотион, а также любые соответствующие сложные эфиры или их соли.

В некоторых вариантах реализации изобретение, в частности, относится к твердым составам легкоплавких соединений, обладающих гербицидной активностью. В особых вариантах реализации, соединение, обладающее гербицидной активностью, содержит соединение, соответствующее Формуле (1), приведенной ниже:



где X представляет собой хлор, бром, или фтор; Y представляет собой водород, хлор, бром, фтор, C₁₋₄алкил, amino, или C₁₋₄алкиламино; R¹ представляет собой водород, C₁₋₄алкил, amino, или C₁₋₄алкиламино; M представляет собой водород или C₁₋₄алкил; R представляет собой -CN, -CONR³R⁴, или COOR²; R² представляет собой C₁₋₁₂ разветвленный или линейный алкил или алкокси; и R³ и R⁴ независимо водород или C₁₋₈ алкил.

В одном варианте реализации, соединение, обладающее гербицидной активностью, в твердом составе, содержит соединение, соответствующее Формуле (1), где X представляет собой хлор, Y представляет собой фтор, R¹ представляет собой amino, и M представляет собой водород.

В другом варианте реализации, соединение, обладающее гербицидной активностью, в твердом составе, содержит соединение, соответствующее Формуле (1), где X представляет собой хлор, Y представляет собой фтор, R¹ представляет собой amino, M представляет собой водород, и R представляет собой COOR².

В еще одном варианте реализации, соединение, обладающее гербицидной активностью, в твердом составе, содержит соединение, соответствующее Формуле (1), где X представляет собой хлор, Y представляет собой фтор, R¹ представляет собой амин, M представляет собой водород, R представляет собой COOR², и R² представляет собой водород.

В еще одном варианте реализации, соединение, обладающее гербицидной активностью, в твердом составе, содержит соединение, соответствующее Формуле (1), где X - хлоро, Y - фторо, R¹ - amino, M - водород, R - COOR², и R² - C₁₋₁₂

разветвленный или линейный алкил. Предпочтительно, R² - 1-метилгептил.

В другом варианте реализации, соединение, обладающее гербицидной активностью, в твердом составе, содержит соединение, соответствующее Формуле (1), где X представляет собой хлор, Y представляет собой фтор, R¹ представляет собой амино, M представляет собой водород, R представляет собой COOR², и R² представляет собой C₁₋₁₂ разветвленный или линейный алкоксил. Предпочтительно, R² представляет собой 2-бутоксигептил-1-метилэтил.

Если не указано иначе, термин «алкил» обозначает насыщенные линейные, разветвленные, или циклические углеводородные группы. В конкретных вариантах реализации, алкил включает метил, трифторметил, этил, пропил, изопропил, циклопропил, бутил, изобутил, трет-бутил, пентил, циклопентил, изопентил, неопентил, гексил, изогексил, циклогексил, циклогексилметил, 3-метилпентил, 2,2-диметилбутил, и 2,3-диметилбутил.

В частности, в предпочтительном варианте реализации, соединение, обладающее гербицидной активностью, в твердом составе, содержит соединение флуороксипира, в частности, сложный эфир флуороксипира, и в более частном случае, флуороксипир-метил.

Соединение, обладающее гербицидной активностью, соответствующее Формуле (1), может быть получено любым способом, известным в соответствующей области техники. Например, патент США №3,761,486, патент США №4,542,221, патент США №4,701,531, и патент США №5,214,150, все они включены в настоящую заявку посредством ссылки, раскрывающие различные способы приготовления таких соединений, обладающих гербицидной активностью.

Количество легкоплавкого активного соединения, присутствующего в твердом составе согласно настоящему изобретению, может варьировать в зависимости от вида используемого активного соединения, желаемой силы конечного состава, класса используемого легкоплавкого соединения (т.е., гербицида, инсектицида, фунгицида и т.д.) и относительных загрузок остальных компонентов твердого состава. В одном варианте реализации, содержание легкоплавкого активного соединения варьирует примерно от 5% по массе до 80% по массе, относительно общей массы твердого состава. В других вариантах реализации, содержание легкоплавкого активного соединения может варьировать примерно от 5% по массе до примерно 70% по массе, примерно от 5% по массе до примерно 60% по массе, примерно от 10% по массе до примерно 70% по массе, примерно от 10% по массе до примерно 60% по массе, примерно от 15% по массе до примерно 55% по массе, примерно от 15% по массе до примерно 50% по массе, примерно от 20% по массе до примерно 60% по массе, примерно от 20% по массе до примерно 50% по массе, примерно от 20% по массе до примерно 40% по массе. В особых вариантах реализации изобретения, содержание легкоплавкого активного компонента находится в диапазоне примерно от 20% по массе до примерно 30% по массе.

Как описано ниже, твердый состав согласно настоящему изобретению может быть приготовлен в соответствии с конкретными способами, в которых легкоплавкое активное соединение первоначально объединяют с одним или более конкретными ингредиентами состава перед смешением с остальными ингредиентами, используемыми для формирования конечной гранулы. Настоящее изобретение, в частности, полезно тем, что одно или более дополнительных активных соединений, в частности, одно или более активных соединений, обладающих пестицидной

активностью, может быть объединено с легкоплавким активным соединением в твердом составе. В частных вариантах реализации, существует возможность приготовить твердые составы, содержащие два, три, четыре и даже более соединений, обладающих пестицидной активностью, при этом по меньшей мере одно из соединений, обладающих пестицидной активностью, будет представлять собой легкоплавкое активное соединение. Не смотря на то, что настоящее изобретение в частности пригодно для составов легкоплавких активных соединений, одно или более активных соединений с более высокой температурой плавления также могут быть включены в состав. В соответствии с такими вариантами реализации, предложен отдельный, твердый состав, содержащий два или более активных компонента, при этом по меньшей мере одно из активных соединений представляет собой легкоплавкое активное соединение. Дополнительные активные соединения могут быть включены в твердый состав в соответствии с рядом способов. Например, дополнительное активное соединение может быть введено в смесь для состава в то же время, что и легкоплавкое активное соединение. Как описано ниже, дополнительное активное соединение таким образом может быть непосредственно смешано с легкоплавким активным соединением и агентом для придания сыпучести. В других вариантах реализации, дополнительное активное соединение может быть введено в смесь для состава после того, как легкоплавкое активное соединение соединено с агентом для придания сыпучести. Соответственно, дополнительное активное соединение может образовывать часть конечного состава (т.е., легкоплавкое активное соединение и дополнительное активное соединение могут вместе присутствовать в отдельной, конечной грануле). Такие составы могут быть определены как «комбинированные композиции», в которых одна композиция содержит комбинацию активных соединений.

В других вариантах реализации, соответствующих настоящему изобретению, существует возможность объединить активные соединения путем обеспечения смесей отдельных твердых составов. Например, твердая композиция, содержащая легкоплавкое активное соединение в качестве единственного активного соединения, может быть объединена с другой твердой композицией, содержащей другое активное соединение (легкоплавкое соединение или активное соединение с более высокой температурой плавления). В конкретных вариантах реализации, настоящее изобретение охватывает смеси различных твердых композиций. Различные твердые композиции могут различаться по активным компонентам, входящим в композиции (например, различные активные соединения или различные концентрации одного и того же активного соединения). Такие смеси твердых композиций, содержащих вещества, обладающие пестицидной активностью, предпочтительны в формах, остающихся гомогенными при хранении, использовании и распределении (т.е., смеси являются «гомогенными смесями» различных твердых композиций). Гомогенные смеси твердых композиций (например, в гранулированной форме) получают в результате смешения различных гранул, схожих по размерам и форме. Такие смеси, оставаясь гомогенными, дают возможность распределять содержимое на части и обеспечивать воспроизводимый состав (т.е. общий состав смешанных гранул практически не изменяется от первого распределения из контейнера до последнего распределения из того же контейнера). Таким образом, контейнеры со смесями различных твердых составов в соответствии с некоторыми вариантами реализации настоящего изобретения могут содержать два или более вида различных гранул пестицида (или другой формы твердой композиции) и обеспечивать неразделимый

состав. Смесь различных твердых композиций согласно изобретению может быть упакована иначе, чем в дозированную упаковку, и может быть легко разделена на две и более однородные порции. Под однородными порциями подразумевается, что смесь не будет отличаться при пестицидном анализе сверх диапазона, приемлемого согласно
5 любым регуляторным агентствам, контролирующим сельскохозяйственные композиции. В одном варианте реализации, согласно настоящему изобретению обеспечивают гомогенную смесь, содержащую одну или более группу твердых пестицидных гранул, при этом гранулы отличаются природой пестицида, содержанием
10 пестицида, или содержанием инертных веществ. Такие гранулы могут быть получены путем экструзии или гранулирования, как описано ниже. Более того, гранулы могут иметь специфическую форму и/или размеры, которые различаются не более, чем в допустимых пределах, для облегчения формирования гомогенной смеси. Одна система для получения гомогенных смесей различных твердых композиций предложена в
15 патенте США №6,022,552, который полностью включен в настоящее описание посредством ссылки. Соответственно, в некоторых вариантах реализации, изобретение включает смесь двух или более различных составов, причем каждый из составов находится в твердой форме, и каждый из составов содержит различные пестициды,
20 различные количества одного и того же пестицида, или различные инертные материалы, при этом по крайней мере один из составов содержит легкоплавкое активное соединение.

Любой гербицид, пригодный для твердого состава, может быть объединен с легкоплавким активным соединением в твердом составе согласно настоящему изобретению (т.е., для получения комбинированной композиции). Не ограничивающие
25 примеры типов активных соединений, пригодных в комбинации с легкоплавким активным соединением согласно настоящему изобретению включают: ацетанилиды, амиды, амидины, анилиды, ариламинопропионовые кислоты, арилаланины,
30 арилоксикарбоновые кислоты, арилоксифенокси-пропионаты, азорилы, бензилаты, бензофураны, бензойные кислоты, бензоилциклогександионы, бензофуранил акилсульфонаты, бензотиазолы, бензоксазолы, бензоилпиразолы, бипиридилы, карбаматы, карбанилаты, карбоксамиды, хлорацетамиды, хлорацетанилиды,
35 хлортриазины, циклодиены, циклогександионы, оксимы циклогексана, циклопропилоксазолы, дикарбоксимиды, динитроалилины, динитрофенолы, эфиры дифенила, дитиокарбаматы, дитиоланы, глины, галогенированные алифатические углеводороды, имидазолы, имидазолиноны, изоазолидиноны, метокситриазины,
40 метилтиотриазины, неникотиноиды, нитрилы, нитроанилины, эфиры нитрофенила, N-фенилфталимиды, мышьякорганические соединения, органические фосфаты, фосфорорганические соединения, оксадиазины, оксадиазолиноны, оксазолы, оксиацетамиды, феноксиалкановые кислоты, фенил карбаматы, мочевины, феноксины (включая замещенные феноксины), феноксиацетаты, феноксибутираты, феноксикарбоновые кислоты, феноксипропионаты, фениламины,
45 фенилэтилендиамины, фенилпиразолы, фенилпиридазин, фенилмоевины, фосфиновые кислоты, фосфородитиоаты, фталевые кислоты, пиколиновые кислоты, пиразолы, пиретроиды, пиридазины, пиридазионы, пиридины, пиридиновые карбоновые кислоты, пиримидинамины, пиримидинилоксибензойные кислоты,
50 пиримидинилтиобензойные кислоты, четвертичные соединения аммония, хинозолиноны, хинолиновые карбоновые кислоты, стробилурины, сульфонамиды, сульфонанилиды, сульфониламинокарбонилтриазолиноны, сульфонилмочевины, тетразолиноны, тиадиазолы, тиадиазолилмочевины, тиокарбаматы, тиокарбонаты,

тиомочевины, триазины, триазолы, триазолоны, триазиноны, триазолопиримидины, трикетоны, урацилы, и мочевины (включая замещенные мочевины). Следует понимать, что активные компоненты из любого из вышеперечисленных классов соединений могут также быть использованы в отдельных твердых составах, которые могут быть смешаны или другим способом объединены с твердыми составами согласно изобретению, содержащими легкоплавкое активное соединение (т.е., с образованием смесей гранул с различными активными компонентами, как описано выше).

В других вариантах реализации, дополнительные активные соединения, используемые как описано в настоящем описании (например, в комбинированных композициях с легкоплавким активным соединением или в смесях одного или более твердых составов, каждый из которых отличается активным соединением, содержанием активного соединения, или содержанием инертных материалов) могут быть выбраны, основываясь на их активности. Например, соединения, используемые в комбинациях согласно настоящему изобретению, могут включать: ингибиторы АККазы (ACCase), ингибиторы АЛС (ALS), ингибиторы ЕПШФС (EPPS), синтетические ауксины, ингибиторы ППО, и ингибиторы фотосистемы II. Ингибиторы АККазы обычно определяются как соединения, контролирующие рост травянистых растений, в свете их активности против ацетил коэнзим А карбоксилазы (АККазы), которая участвует в первой стадии синтеза липидов. Ингибиторы АЛС ингибируют фермент ацетолактат синтазу (АЛС) (также известный как синтаза ацетогидроксикислоты, или САТК(АНАС)), которая участвует в первой стадии синтеза аминокислот с разветвленной цепью (например, валина, лейцина и изолейцина). Таким образом, такие гербициды лишают обработанные ими растения этих аминокислот, что ведет к ингибированию синтеза ДНК. Группа ингибиторов АЛС включает сульфонилмочевины (СМ), имидазолиноны (ИМИ), триазолопиримидины (ТП), пиримидинил оксibenзоаты (ПОБ), и сульфониламинокарбонилтриазолиноны (СКТ). Ингибиторы ЕПШФС влияют на фермент енолпирувилшикимат 3-фосфат синтазу (ЕПШФС), которая используется в синтезе аминокислот триптофана, фенилаланина и тирозина. Соответственно, ингибиторы ЕПШФС одинаково влияют на злаковые травы и двудольные растения. Синтетические ауксины имитируют гормон растений ауксин и таким образом имеют несколько точек воздействия на клеточную мембрану. Ингибиторы протопорфириноген оксидазы действуют путем ингибирования фермента протопорфириногеноксидазы (ППО), который участвует в цикле синтеза пигментов. Ингибирование ППО начинает в клетке реакцию, которая неизбежно ведет к прорыву клеточных мембран, и протекающие клеточные мембраны быстро высыхают и разрушаются. Ингибиторы фотосистемы II уменьшают поток электронов от воды к НАДФН²⁺ на фотохимической стадии фотосинтеза. Они связываются с участком Q_b белка D1 и препятствуют связыванию хинона с этим участком. Соответственно, эта группа соединений способствует аккумулярованию электронов на молекулах хлорофилла, превосходящему допустимые количества, что ведет к смерти растений.

В вариантах реализации согласно настоящему изобретению, в которых легкоплавкое активное соединение объединено с одним или более другими активными соединениями (или в одном и том же составе, или в смеси двух или более различных, отдельных составов), одно или более дополнительные активные соединения могут быть выбраны из широкого ряда определенных активных соединений. В частных вариантах реализации, одно или более дополнительные активные соединения могут

быть любыми соединениями, обладающими пестицидной активностью. Когда одно или более соединения, обладающее пестицидной активностью, не объединяют с легкоплавким активным соединением в одном составе, одно или более дополнительных соединений, обладающих пестицидной активностью, может быть смешано с составом легкоплавкого активного соединения различными способами, включая без ограничений сухое смешивание или смешивание в резервуаре.

Конкретные, неограничительные примеры акарицидов, которые могут быть объединены согласно настоящему изобретению с любым легкоплавким активным соединением, описанным выше, включают следующие соединения гексатизокс, окситиоквинокс, диенохлор, и цигексатин.

Конкретный, неограничительный пример бактерицида, который может быть объединен согласно настоящему изобретению с любым легкоплавким активным соединением, описанным выше, включает следующее соединение дегидрат окситетрациклина.

Конкретные, неограничительные примеры фунгицидов, которые могут быть объединены согласно настоящему изобретению с любым легкоплавким активным соединением, описанным выше, включают следующие соединения: карбендиазим, тиурам, додин, хлоронеб, каптан, фамоксадон, фолпет, тиофанатеметил, тиабендазол, хлороталонил, дихлоран, каптафол, ипродион, винклозолин, касугамицин, триадименол, флютриафол, флюсилазол, гексаконазол, и фенаримол.

Конкретные, неограничительные примеры гербицидов, которые могут быть объединены согласно настоящему изобретению с любым легкоплавким активным соединением, описанным выше, включают следующие гербициды: ацифлюорфен, аклонифен, аллидохлор, аметридон, амибузин, амикабизон, амидосульфурон, аминокопиралид, амитрол, анилофос, анисурон, асулам, атразин, азимосульфурон, азафенидин, бифлутбутамид, бенкарбазон, бенсульфурон, бенсулид, бентазон, бензадокс, бензипрам, бифенокс, биланафос, бромацил, бромобонил, брообутид, бромофеноксим, бромоксинил, гидроксibenзонитрил, бутамифос, бутурон, кафенстрол, карбоксазол, хлорметоксифен, хлорбромурон, хлорамбен, хлоразифоп, хлоретурон, хлоримурон, хлорнитрофен, хлоротолурон, хлороксурон, хлороксинил, хлорпрокарб, хлорпирафос, хлорсульфурон, циноссульфурон, клиодинат, кломепроп, клорасулам, цианазин, циклосульфамурон, клофоп, клопиралид, CDEA, ципразол, дазомет, десмедифан, диамурон, дифеноксурон, динаосеб, дикамба, дифенопентен, дихлорбензил, дихлофоп, дихлорпроп, диклосулам, димефурон, диметенамид, динофенат, динопроп, диносам, динотерб, DNOC, 2,4-DEB, 2,4-DEP, DMPA, EBER, дифенамид, дипропетрин, дисхлормат, дисул, дитиопир, диурон, эпроназ, эрбон, этаметсульфурон, этинофен, этнипромид, этоксифен, этоксисульфурон, фенак, фенасулам, феноксапроп, фентеракол, фентиапроп, фентразамид, фенурон, флазасульфурон, флорасулам, флюазифоп, флюокарбазон, флюоцетосульфурон, флюометсулам, флюоометурон, флюотиурон, флюпроксам, фтордифен, фторгликофен, фторнитрофен, флюпирсульфурон, флюридон, флюпоксам, фомесафен, форамсульфурон, фосамин, фурилоксифен, глюфосинат, глюфосат, галосафен, галосульфурон, галоксидин, галоксифоп, гексазинон, имазаметабенз, имазамокс, имазапи, имазапир, имазакин, имазетапир, имазоссульфурон, йодобонил, йодосульфурон, иоксинил, изокарбамид, изометиозин, изопротурон, изоурон, изоксапирифоп, изоксабен, карбутилат, КН-485, лактофен, ленацил, МСРА, МСРВ, мединотерб, мефенацет, мефлюидид, мезосульфурон, метамифоп, метамитрон, метабензтиаурон, метазол, метосулам, метрибузин, метиурон, метилдимурон,

метобензулон, меоксурон, метсульфурон, монолинулон, монурон, нафталам, небурон, никосульфурон, нитралин, нитрофен, нитрафлюорфен норфлюоразон, ортосульфамурон, оризалин, оксасульфурон, оксифлюорфен, парафлуорон, пеноксулам, перфлюидон, петоксамид, фенмедифам, фенобензулон, пиклорам, пиколинафен, пиноксаден, пиперофос, примисульфурон, прометрин, пронамид, пропанил, пропаквизафом, пропазин, пропоксикарбазон, пропизамид, просульфурон, пираклонил пиразон, пропирисульфурон, пирихлор, пироксисулам, пиразосульфурон, римсульфурон, сафлюфенацил, сидурон, симазин, сульфентразон, 2-хлоро-6-(4,6-диметокси пиримидин-2-илтио)бензоат натрия, сульфометурон, сульфосульфурон, тебутам, тебутиурон, тербацил, тербутилазин, тербукарб, тербутрин, тетрафлуорон, тиаметурон, тиазопир, тидиазурон, тиенкарбазон, тифенсульфурон, триаульфурон, трибеурон, триклопир, 2,4-D, 2,4-DB, трифлорисульфурон, трифоп, трифопсим, трифлюосульфурон, тритосульфурон, 2-[2,4-дихлоро-5-[(2-пропинил)окси]фенил-5,6,7,8-тетрагидро-1,2,4-триазол о-[4,3-а]-пиримидин-3-(Н)-он, метил 2-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]сульфонил]-6-(трифторметил)-3-пиримидинкарбоксилат натриевой соль, N-[(4,6-диметоксипиримидин-2-ил)аминокарбонил]-1-метил-4-(2-метил-2Н-тетразол-5-ил)-1Н-пиразол-5-сульфонамид, и N-[(4,6-диэтоксипиримидин-2-ил)аминокарбонил]-1-метил-4-этоксикарбонил-5-пиразолсульфонамид.

Конкретные, неограничительные примеры инсектицидов, которые могут быть объединены согласно настоящему изобретению с любым легкоплавким активным соединением, описанным выше, включают следующие соединения: карбофуран, карбарил, метил-7-хлоро-2,5-дигидро-2-[[метоксикарбонил]-4-(трифторметокси)фениламино]карбонил]инден-(1,2-Е)(1,3,4)оксадиазин-4А-карбоксилат тиодикарб, дельтаметрин, и тетрахлоринфос.

Легкоплавкое активное соединение может, в частности, быть в форме частиц. Термины частица или частичная форма при использовании в настоящем описании в отношении термина легкоплавкое активное соединение, могут относиться, в общем, к любой форме частиц, включая кристаллическую форму, твердую аморфную форму, или любую другую форму, которая представляет собой одну или более относительно малые, в общем случае твердые индивидуальные единицы. Индивидуальные частицы могут быть относительно крупными, мелкими, или комбинацией тех и других. Так как легкоплавкое активное соединение может иметь тенденцию к размягчению даже при условиях окружающей среды, соединения обычно не пригодны к размолу с получением точных размеров частиц. Настоящее изобретение, в частности, полезно тем, что агент для придания сыпучести может быть внедрен на поверхности частиц легкоплавкого активного соединения, и такое действие не обязательно ограничено распределением размеров частиц легкоплавкого активного соединения.

В дополнение к легкоплавкому активному соединению, твердый состав согласно настоящему изобретению, может содержать различные другие компоненты, пригодные для облегчения формирования твердого материала и/или пригодные для придания различных свойств твердому материалу для использования в различных способах. Например, в одном варианте реализации, возможность приготовления твердого состава легкоплавкого активного соединения является результатом включения агента для придания сыпучести. Как было отмечено выше, легкоплавкие активные соединения проявляют физические свойства, делающие соединение непригодным для твердого состава, что часто включает получение различных смесей в различных твердых состояниях. Легкоплавкие активные соединения обычно являются

мягкими и липкими при температурах процесса, что приводит в большей степени к слипанию частиц компонента друг к другу, чем к формированию гомогенной дисперсии с дополнительными компонентами твердого состава. Согласно настоящему изобретению, однако, эту трудность можно преодолеть, в частности, путем

5 использования агента для придания сыпучести, который достаточно совместим с легкоплавким активным соединением, таким образом, что, при объединении двух ингредиентов, легкоплавкое активное соединение непосредственно объединяется с агентом для придания сыпучести с формированием промежуточного материала, при

10 этом легкоплавкое активное соединение находится в форме, пригодной для дальнейшей обработки и объединения с остальными компонентами состава. В конкретных вариантах реализации, легкоплавкое активное соединение может быть настолько тесно объединено с агентом для придания сыпучести, например, путем

15 применения сдвигающего усилия, что объединенный материал проявляет некоторые физические характеристики свободно сыпучего материала предпочтительно к легкоплавкому активному соединению. В частности, объединенный материал может проявлять свойства чистого агента для придания сыпучести в отношении к таким характеристикам, как сыпучесть и неслипаемость.

20 В области твердых составов, изготавливаемых в виде порошка, гранул, и т.п., агент для придания сыпучести (иногда называемый антиспекатель) обычно определяется как материал, пригодный для сохранения основной массы порошка, основной массы гранул, и т.д., в сыпучем состоянии или в не слежавшемся состоянии. Свободно сыпучий описывает действие по поддержанию скорости движущегося порошка (или

25 гранул). Соответственно, агенты для придания сыпучести являются предпочтительными материалами, пригодными для предотвращения уплотнения частиц, покрытия и смягчения на границах общей массы порошка (или гранул) для уменьшения трения между частицами, и адсорбирования избыточной влаги из

30 атмосферы до того, как она может быть адсорбирована общей массой порошка (или гранул).

Любой материал, обычно признанный в качестве агента для придания сыпучести или антиспекателя, может быть использован согласно настоящему изобретению. Предпочтительно, агент для придания сыпучести является твердым материалом. В

35 конкретных вариантах реализации, агент для придания сыпучести представляет собой материал, обладающий предпочтительными характеристиками сыпучести в сочетании с большой относительной площадью поверхности. Не ограничивающие примеры агентов для придания сыпучести включают ферроцианид натрия, цитрат аммония-

40 железа, диоксид кремния, диоксид алюминия, силикат алюминия-кальция, силикат кальция, силикат магния, карбонат магния, и силикат натрия-алюминия. В конкретных вариантах реализации, агент для придания сыпучести для использования согласно настоящему изобретению содержит твердое, кремнийсодержащее соединение, включая, но не ограничиваясь, гидрофобный диоксид кремния, синтетические

45 осажденные диоксиды кремния, и гидратированные аморфные диоксиды кремния. В конкретных вариантах реализации, агент для придания сыпучести может быть материалом, известными под названиями FLO-GARD[®], HI-SIL[®], LO-VEL[®], SAN-SIL[®], или SILENE[®] (все имеются в продаже в PPG Industries, Pittsburgh, PA), а также Taxisil 38

50 AB. Другими примерами агентов для придания сыпучести, пригодными согласно настоящему изобретению, являются SYLOID[®] диоксиды кремния, имеющиеся в продаже в W.R. Grace & Co.

В частных вариантах реализации, агент для придания сыпучести, используемый

согласно настоящему изобретению, содержит материалы, основанные на SiO₂, такие как линия материалов HI-SIL, в частности HI-SIL[®] 233, и Toxisil 38AB. Материалы, основанные на диоксиде кремния, обеспечивают предпочтительное распределение по размерам частиц с большой площадью поверхности для связывания с мягким, липким соединением флуороксира. Кроме того, соединения на основе SiO₂ часто имеют форму частиц, обеспечивающую хорошие характеристики сыпучести. Далее, расширенная площадь поверхности материалов, основанных на SiO₂, кроме того способствует охлаждению основного состава, способствуя применению более широкого интервала температур в ходе процесса.

В некоторых вариантах реализации, агент для придания сыпучести может быть материалом, состоящим из твердых частиц, где частицы имеют определенную площадь поверхности. Например, агент для придания сыпучести, в частности, может иметь площадь поверхности БЭТ-5 (БЕТ-5) примерно от 5 м²/г до 500 м²/г, примерно от 25 м²/г до примерно 400 м²/г, примерно от 50 м²/г до примерно 300 м²/г, примерно от 75 м²/г до примерно 250 м²/г. Многоточечная поверхность частицы Brunauer (Бранауэр), Emmett (Эммет), и Teller (Теллер) (БЭТ), такой, как агент для придания сыпучести, используемый в настоящем изобретении, может быть определена, используя ASTM D 1933-03 (2008), тест адсорбции с применением азота по многоточечному методу БЭТ.

В других вариантах реализации, агент для придания сыпучести может быть материалом, состоящим из твердых частиц, где частицы имеют определенный размер. Например, агент для придания сыпучести, в частности, может иметь размер частиц менее, чем примерно 30 микрон, менее, чем примерно 25 микрон, менее, чем примерно 20 микрон, менее, чем примерно 15 микрон, менее, чем примерно 10 микрон, менее, чем примерно 5 микрон, или менее, чем примерно 2 микрона. В особых вариантах реализации, частицы могут иметь размер примерно от 0,01 микрона до примерно 40 микрон, примерно от 0,02 микрона до примерно 30 микрон, примерно от 0,05 микрона до примерно 20 микрон, примерно от 0,1 микрона до примерно 15 микрон, или примерно от 0,1 микрона до примерно 10 микрон. Размер частиц может быть измерен как средний размер частиц.

В конкретных вариантах реализации, состав, относящийся к настоящему изобретению, характеризуется комбинацией легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести. В частности, в отличие от простого объединения материалов в виде дискретных и отдельных частиц, легкоплавкое активное соединение, используемое в твердом составе согласно настоящему изобретению, специфически связывают с агентом для придания сыпучести. Например, в одном варианте реализации, легкоплавкое активное соединение физически связывают с агентом для придания сыпучести механическим способом (например, используя приложенную силу для сжатия или иного связывания вместе легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести). В некоторых вариантах реализации, такое связывание легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести может быть достигнуто путем использования молотковой мельницы или другого подобного устройства, способного обеспечить необходимое комбинированное усилие для физического связывания материалов. В других вариантах реализации, легкоплавкое активное соединение может быть расплавлено и распылено на агент для придания сыпучести, находящийся в форме частиц. Кроме того, легкоплавкое активное соединение может быть растворено в органическом растворителе перед объединением с агентом для придания сыпучести. В таких

вариантах реализации, растворенное легкоплавкое активное соединение может быть объединено с агентом для придания сыпучести и после этого адсорбировано.

5 Не желая связывать настоящее изобретение какой-либо теорией, считается, что возможность создания твердых составов в виде стабильных, свободно сыпучих, не подверженных агломерации частиц, гранул, и т.п., возникает в результате объединения легкоплавкого активного соединения с агентом для придания сыпучести перед добавлением любых других компонентов твердой формы. В частных вариантах реализации, желаемый, свободно сыпучий твердый состав может быть получен путем 10 эффективной изоляции индивидуальных частиц легкоплавкого активного соединения и покрытия индивидуальных частиц частицами агента для придания сыпучести. Как описано ниже, это требует использования сдвигающего усилия, достаточного сильного для того, чтобы воздействовать на частицы агента для придания сыпучести и физически связать их с поверхностью частиц легкоплавкого активного соединения или 15 по меньшей мере частично внедрить частицы агента для придания сыпучести в частицы легкоплавкого активного соединения. Предпочтительно, легкоплавкое активное соединение находится в форме частиц (твердых либо полутвердых), и индивидуальные частицы легкоплавкого активного соединения по меньшей мере практически полностью покрыты индивидуальными частицами свободно сыпучего компонента. В частности, частицы легкоплавкого активного соединения достаточно покрыты для предотвращения агломерации частиц в ходе дальнейшей обработки для получения конечного твердого состава. Предпочтительно, частицы легкоплавкого 20 активного соединения покрыты агентом для придания сыпучести так, что индивидуальные частицы агента для придания сыпучести физически прикреплены к открытой поверхности частиц легкоплавкого активного соединения, будучи по меньшей мере частично внедрены в открытую поверхность частиц легкоплавкого 25 активного соединения.

30 Этот механизм нанесения покрытия показан на ФИГ.1-3. ФИГ.1 представляет собой микрофотографию кристалла флуороксибира 10. Флуороксибир является легкоплавким активным соединением, пригодным согласно настоящему изобретению для приготовления твердых составов, обладающих гербицидной активностью. Флуороксибир при комнатной температуре находится в кристаллической форме (как 35 видно на ФИГ.1), но имеет тенденцию к по меньшей мере частичному плавлению в ходе обработки.

40 ФИГ.2 представляет собой микрофотографию частиц диоксида кремния 15. Частицы диоксида кремния являются изолированными до любого смешивания с флуороксибиром.

45 ФИГ.3 представляет собой микрофотографию кристалла флуороксибира 10 после того, как флуороксибир и диоксид кремния были объединены путем смешивания с применением высокого сдвигающего усилия. Как можно видеть, частицы диоксида кремния 15 окружают кристалл флуороксибира 10 и физически прикреплены к кристаллу флуороксибира 10 или внедрены в него (только небольшую часть основного кристалла флуороксибира - незначительная часть на изображении - можно видеть на ФИГ.3, так как кристалл флуороксибира 10, практически полностью покрыт частицами 50 диоксида кремния 15).

50 Не желая связывать изобретение какой-либо теорией, предполагают, что импрегнирование особенно эффективно вследствие низкой температуры плавления активного компонента, флуороксибира. Так, кристаллы легкоплавкого активного соединения находятся в размягченном состоянии в процессе измельчения и легко

подвергаются импрегнированию грубыми частицами неправильной формы агента для придания сыпучести, такого, как диоксид кремния. Соответственно, несмотря на то, что конечный результат энергичного смешивания (например, перемалывания) легкоплавкого активного компонента и агента для придания сыпучести проиллюстрирован на ФИГ.1-3 в отношении флуорокиспир-мептила и диоксида кремния, следует понимать, что такого же эффекта можно ожидать при использовании других легкоплавких активных соединений, имеющих кристаллическую форму или иную форму частиц.

Содержание агента для придания сыпучести, используемого в твердом составе, может меняться в зависимости от типа и загрузки легкоплавкого активного компонента. В некоторых вариантах реализации, содержание агента для придания сыпучести может особым образом связано с содержанием легкоплавкого активного соединения, как например в виде соотношения масса:масса. В частности, было обнаружено, что данное соотношение может сильно влиять на способность образовывать твердый состав согласно настоящему изобретению. Например, соотношение масс легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести предпочтительно может варьировать от примерно 7:1 до примерно 3:1. В других вариантах реализации, соотношение масс легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести может варьировать от примерно::1 до примерно 4:1. В одном варианте реализации, соотношение масс легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести равно 5:1.

В других вариантах реализации, содержание агента для придания сыпучести, используемого в твердом составе, может быть описано, исходя из общей массы твердого состава. Например, твердый состав может содержать примерно от 3% по массе до примерно 15% по массе, примерно от 4% по массе до примерно 15% по массе, примерно от 4% по массе до примерно 14% по массе, примерно от 4% по массе до примерно 13% по массе, примерно от 4% по массе до примерно 12% по массе, примерно от 4% по массе до примерно 10% по массе, примерно от 5% по массе до примерно 10% по массе, или примерно от 6% по массе до примерно 10% по массе агента для придания сыпучести. Разумеется, общей массой агента для придания сыпучести, используемого в композиции, можно варьировать, исходя из массы присутствующего легкоплавкого активного соединения

В некоторых вариантах реализации, настоящее изобретение, в частности, отличается от известных твердых составов (например, гранул) в аспекте увеличения количества используемого агента для придания сыпучести. Агенты для придания сыпучести, такие как гидрофобный диоксид кремния, обычно используются только в небольших количествах, таких как примерно 0,1-3% по массе, для сохранения характеристик сыпучести и антиспекаемости. В таких известных твердых составах, диоксид кремния обычно гомогенно распределен во всей матрице состава, и импрегнирования не происходит. Поскольку агент для придания сыпучести обычно не соединен ни с одним из остальных компонентов твердого состава, это эффективно обеспечивает желаемый эффект сыпучести. Более высоких концентраций агента для придания сыпучести ранее избегали, поскольку при концентрациях примерно 3%, агент для придания сыпучести проявлял тенденцию к влиянию на процесс уплотнения, что отрицательно сказывалось на образовании гранул. Другими словами, более высокие концентрации агента для придания сыпучести препятствовали эффективному образованию гранул, и гранулы проявляли тенденцию к разрушению.

В твердых составах согласно настоящему изобретению, типичные концентрации

агента для придания сыпучести, такого как диоксид кремния, значительно превышены без отрицательного влияния на способность образования твердых составов, таких как гранулы. Не желая связывать изобретения какой-либо теорией, считается, что высокое содержание агента для придания сыпучести может быть использовано в настоящем изобретении, так как агент для придания сыпучести в значительной степени соединяется (т.е., импрегнируется) с частицами активного компонента. Это приводит к эффективной модификации частиц агента для придания сыпучести и одновременно снижает противуплотнительные свойства вещества и защищает импрегнированное легкоплавкое активное вещество от размягчения и/или плавления в ходе дальнейшей обработки. Это представляет собой яркое отличие от известного использования агентов для придания сыпучести.

Твердые составы согласно настоящему изобретению, также предпочтительно содержат один или более разбавителей. Любое твердое вещество, обычно признаваемое пригодным в качестве разбавителя, может быть использовано согласно настоящему изобретению. Разбавителями могут быть материалы, которые увеличивают объем состава. Предпочтительно, разбавитель состоит из материала, который также является полезным для обеспечения твердого состояния состава. В частных вариантах реализации разбавитель выбирают, исходя из некоторых физических характеристик, таких как рН и распределение частиц по размерам. Например, разбавитель предпочтительно содержит материал, рН которого достаточно близок к желаемому рН твердого состава, как более подробно описано ниже, для того, чтобы избежать добавления регулятора рН. Более того, разбавитель желателен имеет распределение частиц по размеру, пригодное для облегчения объединения легкоплавкого активного соединения с остальными компонентами состава.

Не ограничивающие примеры материалов, пригодных в качестве разбавителей согласно настоящему изобретению, включают главным образом инертные, натуральные или синтетические, органические или неорганические твердые материалы. Особенное предпочтение отдается тем материалам, которые практически нерастворимы в воде и обладают большой площадью поверхности и/или высокими абсорбционными свойствами, в частности, натуральным минеральным порошкам, таким как каолин, глина, кизельгур, тальк, мел, кварц, аттапульгит, монтмориллонит, слюда, и синтетические минеральные порошки, такие как кремнекислота, окись алюминия, силикаты, в частности, каолин, смолы, воска, твердые удобрения, растворимые или нерастворимые неорганические соли, органические производные, некоторые полисахариды (такие как сахара и сахарные спирты, например, маннитол), мочевины, и некоторые соли, такие как ди-аммоний фосфат, фосфат натрия, сульфат аммония, хлорид натрия, сульфат натрия, и фосфат кальция. В особых вариантах реализации, разбавителем может быть материал, обеспечивающий разрушающее действие, которое облегчает разрушение твердого состава в присутствии воды. Примеры таких материалов включают бентониты (натуральные или активированные), крахмал и его производные (особенно алкилированные крахмалы и карбоксиалкилированные крахмалы), целлюлозы (особенно микрокристаллическую целлюлозу) и производные целлюлозы (особенно карбоксиалкилированную целлюлозу), альгинаты, растворимые неорганические соли или перекрестно сшитый поливинилпирролидон.

Содержание разбавителя в твердом составе может варьировать в зависимости от вида твердого состава. В некоторых вариантах реализации, содержание разбавителя в

твердом составе изменяется в пределах примерно от 10% по массе до примерно 90% по массе, исходя из общей массы твердого состава. В других вариантах реализации, содержание разбавителя может быть примерно от 10% по массе до примерно 80% по массе, примерно от 15% по массе до примерно 75% по массе, примерно от 20% по массе до примерно 70% по массе, примерно от 20% по массе до примерно 65% по массе, примерно от 20% по массе до примерно 60% по массе. В частных вариантах реализации, количество разбавителя, присутствующего в твердом составе равно 100% минус сумма масс (в процентах) всех остальных компонентов состава.

Разбавитель конкретно является отдельным компонентом твердого состава и не взаимозаменяем с агентом для придания сыпучести, описанным выше. В то время как функцией агента для придания сыпучести является разделять частицы легкоплавкого активного соединения, функцией разбавителя согласно настоящему изобретению является просто увеличивать массу или объем общего твердого состава, так чтобы в конечном итоге твердый состав обладал подходящим размером (например, гранулы определенного размера). Таким образом, специалисту в соответствующей области техники будет очевидно, что содержание разбавителя может зависеть от количества остальных компонентов твердого состава, используемых для твердого состава определенного вида. Далее, не требуется, чтобы разбавитель (или наполнитель) служил для разделения частиц легкоплавкого активного соединения и предотвращения агломерации. Напротив, как описано выше, агент для придания сыпучести, будучи внедрен в частицы легкоплавкого активного соединения, выполняет эти функции отдельно от разбавителя.

В некоторых вариантах реализации, может быть полезным включить одно или более соединений, пригодных для поддержания рН твердого состава в определенном диапазоне. Как описано ниже, твердый состав согласно настоящему изобретению, может использоваться в различных способах обработки. Например, твердый состав может быть смешан с водным растворителем, например, для образования водной дисперсии твердого материала. В таких вариантах реализации, может оказаться полезным, чтобы рН дисперсии находился в определенном диапазоне рН.

В частности, для обеспечения надлежащего действия легкоплавкого активного соединения может оказаться полезным поддержание кислого рН. Например, гербицид флуороксипир часто используется в виде сложного эфира. После преобладающего потребления листьями, сложный эфир гидролизуеться до исходной кислоты, которая является формой, обладающей гербицидной активностью, и быстро попадает в остальные части растений, где действует путем индуцирования ауксин-типичных ответов (например, сворачивание листьев). Поддержание кислотного рН может быть особенно полезным для обеспечения образования исходной кислоты в процессе применения на растении или участке произрастания растений.

В различных вариантах реализации, твердый состав может включать любой материал, способный поддерживать главным образом кислотный рН.

Предпочтительно, рН твердого состава находится в диапазоне примерно от 3 до примерно 7, более предпочтительно примерно от 4 до примерно 7, более предпочтительно примерно от 5 до примерно 7. Обычно этого можно достигнуть путем включения любой органической или неорганической кислоты, общепризнанной в качестве пригодной для пестицидных составов. Не ограничивающие примеры соединений, пригодных в качестве регуляторов рН в настоящем изобретении, включают уксусную кислоту, муравьиную кислоту, лимонную кислоту, щавелевую кислоту, и различные минеральные кислоты, такие как соляная кислота, серная

кислота, и фосфорная кислота.

Количество регулятора рН, включенного в твердый состав, может варьировать в зависимости от желаемого эффекта. В некоторых вариантах реализации, количество регулятора рН может определяться на основании желаемого рН водной дисперсии твердого состава. Например, количество регулятора рН может быть достаточным для поддержания рН твердого состава примерно менее или равно 7 в разбавленном водном состоянии. В других вариантах реализации, количество регулятора является достаточным для поддержания рН в диапазоне примерно от 4 до примерно 7 или примерно от 5 до примерно 7 при разбавлении состава водой. В конкретных вариантах реализации, количество регулятора рН в твердом составе находится в пределах примерно от 0,1% по массе до примерно 2% по массе. В других вариантах реализации, количество регулятора рН находится в пределах примерно от 0,2% по массе до примерно 2% по массе, примерно от 0,2% по массе до примерно 1,5% по массе, или примерно от 0,2% по массе до примерно 1% по массе. Может оказаться желательным установить количество регулятора рН более высоким для использования в известных условиях среды, при которых композицию смешивают с носителем, таким как вода, когда известно, что вода является щелочной. Например, известно, что вода в определенных географических районах обладает рН таким высоким, как 8 или 9. Таким образом, изобретение охватывает включение повышенных количеств регулятора рН для того, чтобы необходимый кислый рН поддерживался в ходе смешивания в указанных районах.

Твердый состав может далее содержать одно или более вспомогательные вещества, которые могут быть выбраны из, например, увлажняющих агентов, диспергирующих агентов, связующих агентов, пеногасителей, увлажняющих веществ, влагопоглотителей, смазочных средств, дезинтегрирующих агентов, и любых других компонентов, обычно используемых в твердых пестицидных составах.

Увлажняющий агент может содержать один или более неионных поверхностно-активных веществ, катионных поверхностно-активных веществ, анионных поверхностно-активных веществ, амфотерных поверхностно-активных веществ, кремнийсодержащих поверхностно-активных веществ, фторуглеродных поверхностно-активных веществ и их смесей.

Примеры подходящих неионных поверхностно-активных веществ включают алкилполигликозиды, сложные эфиры глицерина, такие как глицерил монолаурат, и этиоксилированный глицерил монококоат; этоксилированное касторовое масло; этоксилированные восстановленные сложные эфиры Сахаров, такие как полиоксиэтилен сорбитол монолаурат; сложные эфиры других многоатомных спиртов, такие как сорбтах монолаурат и моностеарат сахарозы; этоксилированные амиды, такие как полиоксиэтилен кокоамид; этоксилированные сложные эфиры, такие как монолаурат полиэтиленгликоля 1000 и дилаурат полиэтиленгликоля 6000; этоксилированные алкил или арилфенолы, такие как нонилфенол алкоксилат, октилфенол этоксилаты, додецилфенол этоксилаты, динонилфенол этоксилаты и тристирилфенол этоксилаты; этоксилаты спиртов, такие как этоксилаты спиртов жирного ряда (например, олеил алкоголь этоксилат), тридецилалкоголь этоксилаты и другие этоксилаты спиртов, такие как NEODOL[®] и оксоалкоголь этоксилат; и сополимеры этилен оксида/пропилен оксида, такие как тип PLURONIC[®], тип TETRONIC[®], или тип TERGITOL XH[®].

Примеры подходящих катионных поверхностно-активных веществ включают алкиламин этоксилаты (включая эфиры аминов и диамины), такие как алкоксилат

амин амина жира, кокоамин алкоксилат, алкоксилат эфира амина, алкоксилат этилендиамина жира и амидоамин этоксилаты; алкиламин четвертичные амины, такие как алкоксилированные четвертичные амины (например, этоксилированные четвертичные амины или пропоксилированные четвертичные амины); ацетаты алкиламинов, такие как ацетат амина жира или ацетат октиламина; и оксиды аминов, такие как этоксилированные оксиды аминов (например, N,N-бис(2-гидроксиэтил)кокоамин Боксид), неэтоксилированные оксиды аминов (например, цетилдиметиламин Боксид) и оксиды амидоаминов.

Примеры подходящих анионных поверхностно-активных веществ включают жирные мыла, такие как жирное соединение аммония и стеарат натрия; алкил сульфаты, такие как C₈₋₁₀ алкоголь сульфат натрия, олеил сульфат натрия, и лаурил сульфат натрия; сульфатированные масла, такие как сульфатированное касторовое масло; сульфаты эфиров, такие как сульфат лаурил эфира натрия, сульфат лаурил эфира аммония, и сульфат нонилфенол эфира аммония; сульфонаты, такие как сульфонаты углеводов, алкилбензол сульфонаты (например, (линейный) додецилбензол сульфонат натрия или (разветвленный) додецилбензол сульфонат натрия), алкилнафталин сульфонаты (например, дибутилнафталин сульфонат натрия), алкил сульфонаты (например, альфа олефин сульфонаты), сульфосукцинаты, такие как диалкилсульфосукцинаты (например, диоктилсульфосукцинат натрия) и моноалкилсульфосукцинат и сукцинамиды (например, динарий лаурилсульфосукцинат и динарий N-алкилсульфосукцинамат); сульфированные амиды, такие как N-метил N-коко таурат натрия; изетионаты, такие как кокоил изетионат натрия; саркозинаты, такие как N-лауроил саркозин; и фосфаты, такие как алкилэфир алкоксилат фосфаты и алкиларилэфир этоксилированные фосфаты.

Примеры подходящих амфотерных поверхностно-активных веществ включают бетаины, такие как простые бетаины (например, кокодиметилбетаин), сульфобетаины, амидобетаины, и кокоамидосульфобетаины; соединения имидазолина, такие как динарий лауроамфодиацетат, кокоамфоацетат натрия, кокоамфопропионат натрия, динарий кокоаминодипропионат, и окоамфогидроксипропил сульфонат натрия; и другие амфотерные поверхностно-активные вещества, такие как N-алкил, T-бис(2-гидроксиэтил)глицин и алкиламиндипропионаты.

Примеры подходящих кремнийсодержащих поверхностно-активных веществ включают этоксилированные или пропоксилированные поверхностно-активные вещества на основе кремния, например, SILLOUETTE[®] L-77 или BREAK-THRU[®] S-200. Примеры подходящих фторуглеродных поверхностно-активных веществ включают анионные фторированные поверхностно-активные вещества, например, DUPONT ZONYL[®] FSK, амфотерные фторированные поверхностно-активные вещества, например, DUPONT ZONYL[®] TLF-9579, и неионные фторированные поверхностно-активные вещества, например, DUPONT ZONYL[®] FSH.

В частных вариантах реализации, увлажняющий агент содержит соль алкиларилсульфонатного типа, в частности, алкилбензолсульфонаты или алкилнафталинсульфонаты щелочных металлов, или соль алкилсульфонатного типа. Особые примеры увлажняющих агентов, используемых согласно изобретению, включают линейные алкилбензол сульфонаты, такие как STEPWET DF90.

В отношении вышеупомянутых увлажняющих агентов и поверхностно-активных веществ, термин «алкил» предпочтительно означает, если не указано иное, линейные или разветвленные, насыщенные или ненасыщенные нециклические углеводородные остатки с числом атомов углерода от 8 до 22.

Другие материалы, включая воду и/или гликоли, могут опционально быть смешаны со вспомогательным веществом или вспомогательными веществами перед добавлением к смеси. Поверхностно-активные вещества и увлажняющие агенты, главным образом пригодные для твердых составов согласно настоящему изобретению, раскрыты в таких публикациях, как "McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual", MC Publishing Corp., Ridgewood, N.J., USA 1981; H. Stache, "Tensid-Taschenbuch", 2nd ed., C. Hanser, Munich, Vienna, 1981; и M. and J. Ash, "Encyclopedia of Surfactants", Vol.I-III, Chemical Publishing Co., New York, N.Y., USA 1980-1981, каждая из которых включена в настоящее описание посредством ссылки.

Увлажняющие агенты могут быть включены в твердый состав согласно настоящему изобретению, в концентрациях вплоть до примерно 5% по массе относительно общей массы состава. В особых вариантах реализации, твердый состав содержит примерно от 0,1% по массе до примерно 5% по массе одного или более поверхностно-активных веществ. В других вариантах реализации, состав содержит поверхностно-активное вещество в концентрации примерно от 0,2% по массе до примерно 4% по массе, примерно от 0,2% по массе до примерно 3% по массе, или примерно от 0,5% по массе до примерно 2% по массе. Предпочтительно, количество увлажняющего агента, используемого в составе согласно настоящему изобретению, поддерживается ниже 5% для достижения максимальной эффективности увлажнения, при этом избегая формирования избытка пены и снижения свойств суспензии, когда твердый состав смешивается с носителем, таким как вода.

Примеры соединений, которые могут быть использованы в качестве диспергирующих агентов, или дисперсантов, включают полимеры арилсульфонатного типа, в частности, полинафталинсульфонаты щелочных металлов, полученные путем конденсации (алкил)арилсульфонатов с формальдегидом, лигносульфонатов, полифенилсульфонатов, солей полиакриловых кислот, солей лигносульфоновых кислот, солей фенолсульфоновых или нафталинсульфоновых кислот, производных таурина (в частности, алкилтауратов), фосфорных эфиров полиоксиэтиленированных фенолов или спиртов, сложных эфиров жирных кислот или полиолов, или производных вышеперечисленных соединений, содержащих сульфатные, сульфонатные и фосфатные функциональные группы. Дисперсанты могут также быть определены как так называемые водорастворимые мыла, или водорастворимые синтетические поверхностно-активные соединения. Мыла обычно щелочные, щелочно-земельные или опционально замещенные аммонийные соли высших жирных кислот (C₁₀₋₂₀)» например, натриевые или калиевые соли олеиновой или стеариновой кислот или смесей натуральных жирных кислот, которые приготовлены, например, из кокосового или животного масел. Кроме того, могут быть использованы метилтауриновые соли жирных кислот. В особых вариантах реализации, диспергирующий агент может содержать жирные сульфонаты, жирные сульфаты или алкиларилсульфаты, которые могут быть, в частности, щелочными, щелочно-земельными или возможно замещенными аммонийными солями, и содержать алкильную функциональную группу, включающий от 8 до 22 атомов углерода, где алкил также означает алкильную функциональную группу ацильных остатков, такую как натриевая или кальциевая соль лигнин сульфоновой кислоты, или додецилат серной кислоты, или смесь жирных спиртов, полученных из натуральных жирных кислот, в частности, лигнин сульфоната натрия. Сюда же включаются соли сложных эфиров серной кислоты, сульфоновые кислоты и аддукты жирных спиртов и оксида этилена. Алкиларилсульфонаты являются, например, натриевыми, кальциевыми и

триэтил аммониевыми солями додецилбензолсульфоновой кислоты, дибутилнафталинсульфоновой кислоты или продуктами реакции конденсации нафталинсульфоновой кислоты и формальдегида. Кроме того, могут быть использованы фосфаты, такие как соли сложного эфира фосфорной кислоты и аддукта т-нонилфенол-(4-14)-этилен оксида или фосфолипидов. В дополнение, могут быть использованы неионные диспергирующие агенты. Предпочтительными являются блок-сополимеры, получаемые из пропилен-оксида и этилен-оксида, в частности, блок-сополимеры, содержащие полиоксипропиленовый каркас с молекулярной массой примерно от 3,000 до примерно 3,500 и остаток с общими молекулярным весом примерно от 6,000 до 7,000, содержащий части молекул оксида этилена. В частных вариантах реализации, диспергирующие агенты, используемые согласно изобретению, включают анионные лигносульфонаты, такие как STEPSPERSE® DF500 and STEPSPERSE® DF200.

Твердый состав согласно настоящему изобретению может содержать примерно от 2% по массе до примерно 25% по массе одного или более диспергирующих агентов. В особых вариантах реализации, содержание диспергирующего агента составляет примерно от 5% по массе до примерно 20% по массе, примерно от 5% по массе до примерно 18% по массе, примерно от 7% по массе до примерно 15% по массе, или примерно от 8% по массе до примерно 12% по массе, относительно общей массы состава.

Твердый состав согласно настоящему изобретению, может, в частности, также содержать один или более компонентов, обладающих связывающим действием, иначе говоря, соединений полимерного типа, которые способствуют когезии и используются в твердом составе. Такие связующие агенты могут присутствовать в предпочтительных вариантах реализации, но не являются необходимыми во всех вариантах реализации изобретения. Согласно предпочтительным вариантам реализации, было обнаружено, что минимальная концентрация связующего агента может быть необходима для обеспечения формирования твердых частиц (например, гранул), обладающих достаточной когезией для поддержания легкоплавкого активного соединения в таком составе. Связующий агент предпочтительно является материалом, который будет сцепляться со всеми ингредиентами состава (например, легкоплавким активным соединением, агентом для придания сыпучести, и разбавителем) и будет, при спрессовывании, способствовать образованию частиц с достаточной цельностью, таким образом, что такие частицы не будут распадаться на части с легкостью. Добавляемое количество связующего агента может, таким образом, зависеть от общего количества остальных ингредиентов композиции. Таким образом, определение подходящего связующего агента и правильного его количества не является простым вопросом, а требует детального анализа общего состава и желаемого конечного результата. Если связующий агент добавлен в недостаточном количестве, частицы твердого состава могут быть липкими и не будут обладать характеристиками свободной сыпучести, наличие которых желательно для твердого состава. С другой стороны, если связующего агента добавлено слишком много, конечный состав не будет обладать подходящей величиной дисперсии при помещении в водный резервуар (например, для смешивания в поле с другими используемыми материалами), образуя частицы, которым потребуется много времени для диспергирования.

Не ограничивающие примеры соединений, пригодных в качестве связующих агентов согласно настоящему изобретению, включают смолы, в особенности

гуммиарабик; адгезивы, в особенности декстрин (и, в частности, мальтодекстрин), сахара, в особенности глюкозу и лактозу; производные целлюлозы, в особенности алкил целлюлозу и карбоксиалкил целлюлозу; крахмал; муку; полимеры, в особенности поливинилпирролидон, поли (виниловый спирт), полиэтиленгликоль, полиакрилат или поли (винил ацетат); растворимые воска; и силикаты щелочных металлов.

Твердый состав согласно настоящему изобретению предпочтительно содержит по меньшей мере примерно от 1% по массе одного или более связующих агентов и более предпочтительно по меньшей мере примерно 2%, по меньшей мере примерно 3%, или по меньшей мере примерно 4% по массе одного или более связующих агентов. В некоторых вариантах реализации, твердый состав может содержать примерно от 1% по массе до примерно 15% по массе, примерно от 3% по массе до примерно 15% по массе, примерно от 4% по массе до примерно 12% по массе, или примерно от 4% по массе до примерно 10% по массе, основываясь на общей массе препаративной формы.

Твердый состав может также содержать один или более дезинтегрирующих агентов. Традиционно используемые дезинтегрирующие агенты могут быть твердыми соединениями, которые хорошо растворяются в воде, в частности, сахарами, крахмалами, перекрестно сшитыми с целлюлозами, и солями, такими как сульфат калия, сульфат аммония, карбонат аммония, двууглекислый натрий, и тригидрат ацетата натрия.

В некоторых вариантах реализации, для твердого состава может быть полезным включение связующих агентов и дезинтегрирующих агентов. Связующее вещество и дезинтегрирующее вещество не обладают взаимно противоречащими эффектами, так как действие связующего агента проявляется в твердом состоянии и выражается в связывании между собой различных твердых частиц составов согласно изобретению, а действие агента, проявляющего дезинтегрирующие свойства, проявляется в жидком состоянии, когда составы согласно изобретению диспергируют в воде.

Примеры подходящих пеногасителей, которые могут быть использованы согласно изобретению, включают соединения кремния (такие как полидиметилсилоксаны) и жирные кислоты (например, стеариновая кислота) или их сложные эфиры (например, стеарат кальция или магния). Такие компоненты предпочтительно присутствуют в количестве примерно 3% по массе относительно общей массы состава. В особых вариантах реализации, твердый состав содержит примерно от 0,01% по массе до примерно 3% по массе одного или более пеногасителей. В других вариантах реализации, состав содержит пеногаситель в количестве примерно от 0,02% по массе до примерно 2,5% по массе, примерно от 0,05% по массе до примерно 2,5% по массе, или примерно от 0,1% по массе до примерно 2% по массе. Частные, не ограничивающие примеры пеногасителей, используемых согласно изобретению, включают SAG[®] 1572, AF 30 IND, и стеарат магния.

На способ приготовления твердого состава, относящейся к изобретению, может, в частности, влиять выбор пеногасителя (т.е. противовспениватель в сравнении с ингибитором пены). Например, полиметилсилоксановые противовспениватели обычно действуют, разрушая пену, которая может образоваться, и, как правило, являются эмульсионными смесями и неустойчивы по отношению к чрезмерным воздействиям, таким как смешивание или гомогенизация с применением сдвигающего усилия, размол, или большая центробежная сила. Соответственно, когда используются такие противовспениватели, они могут быть добавлены к составу после того, как будут выполнены все операции с применением большого сдвигающего усилия

(например, непосредственно перед гранулированием и в течение последней части любого процесса перемешивания). Поскольку противовспениватель добавляют после того, как основное смешивание завершено, особенно важно, чтобы
5 противовспениватель был гомогенно перемешан перед добавлением. Другие типы пеногасителей, такие как стеарат магния, могут скорее действовать, подавляя формирование пены, и обладают дополнительным эффектом по отношению к противовспенивателям. Необходимо отметить, однако, что надо избегать избыточных количеств ингибиторов пены (например, менее, чем примерно 1% по массе,
10 предпочтительно менее, чем 0,5% по массе, еще более предпочтительно менее чем коло 0,3% по массе).

В другом аспекте, настоящим изобретением обеспечиваются способы приготовления твердого состава, описанного в настоящем документе. Способы,
15 относящиеся к изобретению, специально разработаны для приспособления легкоплавких активных компонентов, описанных в настоящем документе. Например, температура плавления флуороксипир-мептила находится в диапазоне 58-60°C. Таким образом, при приготовлении твердого состава, содержащий флуороксипир-мептил, особенно полезно производить технологические операции так, чтобы избежать
20 температур, близких к этому диапазону. Это необходимо для предотвращения плавления активного компонента, что может привести к слипанию частиц с нанесением вредного воздействия на распределение частиц по размеру или приводя к агломерации матрицы состава.

Способ, соответствующий указанному аспекту изобретения, включает
25 приготовление твердого состава, содержащего легкоплавкое активное соединение, как описано в настоящем описании. В конкретном варианте реализации, способ пригоден для приготовления твердого состава, содержащего легкоплавкие пестициды, в частности, легкоплавкие гербициды, такие как кислота или сложный эфир
30 флуороксипира. Этот способ особенно полезен тем, что позволяет приготовить твердый материал, используя активные соединения, которые иначе были бы ограничены жидкими составами вследствие низкой температуры плавления активного соединения.

В одном варианте реализации, способ согласно настоящему изобретению, включает
35 следующие стадии: а) связывание легкоплавкого активного соединения с агентом для придания сыпучести, путем перемешивания с большим сдвигающим усилием или с другим применением большого количества энергии; б) объединение связанного легкоплавкого активного соединения с разбавителем и одним или более возможными
40 вспомогательными веществами состава для образования гомогенной смеси; и в) измельчение гомогенной смеси для образования частиц; и г) дальнейшая обработка частиц для придания им твердой поставляемой формы. Размолотая смесь в форме частиц может быть преобразована в экструдированную смесь, например, путем
45 перемешивания частиц в присутствии увлажняющего агента (например, воды или другой подходящей жидкости). Стадия связывания, в частности, может включать перемешивание легкоплавкого активного соединения в форме частиц с агентом для придания сыпучести в форме частиц под большим сдвигающим усилием или ударным
50 действием для импрегнирования частиц легкоплавкого активного соединения частицами агента для придания сыпучести для образования связанных частиц легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести.

Как было отмечено выше, связывание легкоплавкого активного соединения со свободно сыпучим материалом полезно для стабилизации активного компонента и

обеспечения способности активного компонента к использованию в твердой форме. Эта операция связывания может включать физическое связывание компонентов или их химическое связывание. В конкретном варианте реализации, связывание включает гомогенизацию активного соединения и агента для придания сыпучести и пропускание гомогенизированного материала через мельницу. Операция гомогенизации используется для получения гомогенной смеси компонентов.

Фактическое связывание компонентов происходит в мельнице, где физические условия контролируются так, что компоненты физически прилипают друг к другу.

Термин «связанный» или словосочетание «связанные вместе» имеют особое значение в отношении настоящего изобретения, так как означают более чем просто смешивание компонентов. Скорее, компоненты физически объединены, так как они непосредственно смешаны и не разделяются с легкостью после операции связывания.

Например, частицы свободно сыпучего вещества могут быть практически внедрены в открытую поверхность индивидуальных частиц легкоплавкого активного вещества.

Предпочтительно, как описано выше, агент для придания сыпучести является материалом, обладающим физическими характеристиками, обеспечивающими хорошее распределение частиц по размерам и большую площадь поверхности. Это способствует максимальному покрытию индивидуальных частиц легкоплавкого активного соединения частицами агента для придания сыпучести, что одновременно минимизирует общий процент массы агента для придания сыпучести, требуемого для сохранения необходимого физического состояния, что поддерживает легкоплавкое активное соединение в твердом составе в ходе остальных технологических операций.

Это, в частности, выгодно тем, что не требуются большие количества разбавителей или наполнителей для отдельного связывания легкоплавкого активного соединения и разделения индивидуальных частиц легкоплавкого активного соединения.

Непосредственное смешивание легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести согласно настоящему изобретению описано выше с ссылками на ФИГ.1-3.

В одном варианте реализации, связывание легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести достигается путем пропускания смешиваемых материалов через устройство, прилагающие большое сдвигающее усилие или большое ударное действие, такое, как гомогенизатор, обеспечивающий большое сдвигающее усилие, или механическая мельница (например, молотковая мельница). Разумеется, другие подобные устройства, способные обеспечить подобное действие, также могут быть использованы и охватываются изобретением. Например, смешивание означает воздействие, сообщающее большое сдвигающее усилие или большое ударное действие, так что индивидуальные частицы агента для придания сыпучести физически вдавливаются на или по меньшей мере частично в открытую поверхность индивидуальных частиц используемого легкоплавкого активного соединения.

Приложенное сдвигающее усилие или другая сила, используемая при перемешивании, должна быть достаточной для того, чтобы физически прикрепить индивидуальные частицы агента для придания сыпучести на или по меньшей мере частично в открытую поверхность индивидуальных частиц легкоплавкого активного соединения. В особых вариантах реализации, индивидуальные частицы легкоплавкого активного соединения импрегнированы частицами агента для придания сыпучести. В таких вариантах реализации, предпочтительно для легкоплавкого активного соединения быть в форме частиц в процессе смешивания при большом сдвигающем усилии или большом ударном действии или гомогенизации с агентом для придания сыпучести. Другие

методы физического связывания агента для придания сыпучести с легкоплавким активным соединением также охватываются изобретением.

Начальная стадия связывания агента для придания сыпучести с легкоплавким активным соединением весьма выгодна, поскольку за счет нее эффективно трансформируется легкоплавкое активное соединение в свободно сыпучие частицы, которые хорошо комбинируются со множеством других компонентов состава и способны выдержать дальнейшие технологические стадии, даже интенсивные технологические стадии, которые обычно могут приводить к плавлению и/или агломерации легкоплавкого активного соединения. Далее, агент для придания сыпучести может быть добавлен в относительно небольшом количестве относительно содержания легкоплавкого активного соединения и может быть добавлен один раз в стадии добавления. Другими словами, нет необходимости добавлять порцию агента для придания сыпучести к легкоплавкому активному соединению на первой стадии и затем добавлять следующую порцию агента для придания сыпучести на второй стадии для эффективного разделения частиц легкоплавкого активного соединения. Скорее, относительно небольшое количество агента для придания сыпучести, согласно настоящему изобретению, является достаточным для разделения частиц легкоплавкого активного соединения настолько, чтобы обеспечить формирование твердого состава, являющегося стабильным, легко поставляемым для конечного применения, и эффективным при различных видах (режимах) применения, включая водное диспергирование. Поскольку частицы агента для придания сыпучести физически покрывают поверхность частиц легкоплавкого активного соединения, покрытые частицы защищены от агломерации в ходе последующих операций размола.

После связывания легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести, этот материал объединяют с разбавителем и одним или более вспомогательными веществами для образования гомогенной смеси. Вспомогательные вещества могут быть любыми из материалов, в общем описанных в настоящем документе. В некоторых вариантах реализации, связанное активное соединение и агент для придания сыпучести выгодным образом объединяют с одним или более диспергирующими агентами, увлажняющими агентами, связывающими агентами, и регуляторами pH.

Стадия объединения связанных активного соединения и агента для придания сыпучести с разбавителем и одним или более вспомогательными веществами может быть проведена различными способами. В общем, может быть использовано любое устройство, способное гомогенно смешивать различные твердые и жидкие компоненты. В одном варианте реализации, объединение включает гомогенизирование при помощи ленточного смесителя. Такое гомогенизирование может производиться в течение времени, достаточного для получения гомогенной смеси различных компонентов. В одном варианте реализации, гомогенизирование производится в течение по меньшей мере примерно 15 минут, по меньшей мере примерно 20 минут, по меньшей мере примерно 25 минут, или по меньшей мере примерно 30 минут.

Весьма положительным является и то, что практически все остальные компоненты состава могут быть добавлены на этой второй технологической стадии. Так как легкоплавкий активный агент защищен связанными частицами агента для придания сыпучести, связанные частицы легко объединяются с любым из оставшихся ингредиентов состава. Это общее объединение компонентов приводит к получению конечного продукта с превосходными диспергируемостью и смачиваемостью и

предотвращает любое нежелательное оседание при образовании водной дисперсии твердого состава.

В конкретных вариантах реализации, гомогенизирование производят способом, полезным для повышения функциональности дополнительных компонентов, в частности, увлажняющих агентов и диспергирующих агентов, путем эффективного применения таких компонентов практически ко всем индивидуальным частицам, полученным при предыдущем смешивании легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести. Например, гомогенизирование может поводиться при помощи механической мельницы, такой как молотковая мельница.

Перемешанная, гомогенная смесь осторожно может быть подвергнута измельчению (например, с использованием воздушной мельницы или струйной мельницы) для образования частиц. Одним из примеров механизма, пригодного для данной операции, является воздушный мелющий аппарат. Измельчение может быть произведено с использованием любого устройства, способного в достаточной степени уменьшить размер частиц до желаемых заданных размеров. Такое уменьшение размера частиц необходимо для получения конечного продукта, обладающего требуемыми характеристиками диспергируемости и суспендируемости.

Предпочтительно, измельчение производят таким способом, при котором полученные частицы обладают средним размером менее чем примерно 20 микрон, менее, чем примерно 18 микрон, менее, чем примерно 16 микрон, менее, чем примерно 14 микрон, менее, чем примерно 12 микрон, менее, чем примерно 10 микрон, менее, чем примерно 8 микрон, или менее, чем примерно 6 микрон. В других вариантах реализации, частицы, получаемые согласно изобретению, обладают средним размером примерно от 0,5 микрон до примерно 20 микрон, примерно от 1 микрона до примерно 15 микрон, примерно от 1 микрона до примерно 10 микрон, примерно от 1 микрона до примерно 8 микрон, примерно от 1 микрона до примерно 6 микрон, или примерно от 1 микрона до примерно 3 микрон. В конкретных вариантах реализации, частицы имеют такое распределение по размерам, что 90% частиц имеют средний размер менее чем 20 микрон и по меньшей мере 50% частиц имеют средний размер примерно от 3 микрон до примерно 5 микрон.

К тому же, начальная стадия связывания частиц агента для придания сыпучести с частицами легкоплавкого активного соединения действительно защищает легкоплавкое активное соединение в процессе измельчения. Несмотря на то, что другими проводились попытки получить твердые составы легкоплавких активных соединений, не было достигнуто успеха в создании способа, при помощи которого стандартные процессы смешивания и измельчения могут быть использованы, избегая нежелательных плавления и агломерации легкоплавкого активного соединения. Даже когда частицы легкоплавкого активного соединения разделяется путем двойного добавления материала-наполнителя, разделенный состав не может быть подвергнут высокоэнергетическому процессу размолла, поскольку легкоплавкое активное соединение недостаточно защищено. Настоящее изобретение преодолевает это ограничение. Согласно настоящему изобретению, частицы агента для придания сыпучести (даже в относительно небольшом процентно-массовом содержании) внедряются в поверхность частиц легкоплавкого активного соединения и образуют защитный слой, эффективно трансформирующий легкоплавкое активное соединение в свободно сыпучие частицы, которые могут быть подвергнуты высокоэнергетической обработке, такой как воздушный размол, без опасности агломерации или других нежелательных эффектов, проистекающих вследствие низкой температуры плавления

активного компонента. Например, можно избежать процессов криопомола.

Размолотые частицы можно использовать в любом известном способе получения твердых составов. Например, любой способ получения гранул может быть использован согласно настоящему изобретению. В частности, частицы могут быть использованы на стадии перемешивания для получения формуемой смеси. Это может включать добавление некоторого количества увлажняющего агента, такого как вода. Увлажняющий агент предпочтительно добавляют в таком количестве, чтобы получаемая формуемая смесь содержала влагу в количестве примерно от 10% до примерно 20%. В других вариантах реализации, содержание влаги составляет примерно от 12% до примерно 18% или примерно от 14% до примерно 16%.

Стадия перемешивания может также обеспечивать возможность добавления других вспомогательных агентов, в частности, любых добавок, которые предпочтительно не подвергают смешиванию с применением большого сдвигающего усилия. Например, в одном варианте реализации, добавляют пеногаситель. Как отмечено ранее, некоторые типы пеногасителей могут быть чувствительными к средам с большим сдвигающим усилием, и стадия перемешивания предпочтительно выполняют таким образом, при котором смешивание композиции достигается без применения большого сдвигающего усилия. Вспомогательные агенты могут, в частности, быть смешаны с увлажняющими агентами перед добавлением размолотых частиц.

Перемешивание предпочтительно выполняют в течение времени и образом, пригодным для образования формуемой смеси, обладающей определенной консистенцией. «Формуемая» смесь относится к смеси, обладающей определенной консистенцией, поддающейся образованию имеющих форму, твердых частиц. Например, формуемая смесь может быть экструдированной смесью (т.е., смесью, поддающейся образованию экструдированных гранул). Формуемая смесь может также относиться к форме, пригодной для изготовления других типов твердых частиц. При получении экструдированных гранул, предпочтительно, чтобы формуемая смесь имела консистенцию теста. Соответственно, стадия формовки, в частности, может включать формирование гранул, в частности, экструдированных гранул.

Хотя способ, относящийся к изобретению, может быть, в частности, описан в отношении формирования гранул, изобретение охватывает ряд твердых форм.

Например, твердый состав согласно настоящему изобретению, может быть в форме экструдированных гранул, пен-гранулированных частиц (гранулированные частицы, полученные с помощью чашечного или тарельчатого грануляторов), смачиваемых сухих гранул, пилуль, приллированных форм, пеллет, порошков, и любых других подобных твердых форм, используемых при получении пестицидных составах.

В конкретных вариантах реализации, способ может далее включать сушку полученной твердого состава. Сушка может быть, в частности, пригодной стадией для обеспечения достаточно низкого содержания влаги в твердом составе для поддержания стабильности состава. В некоторых вариантах реализации, полученный твердый состав высушивается до среднего содержания влаги менее чем примерно 5% по массе, менее чем примерно 3% по массе, или, предпочтительно, примерно от 1% до примерно 2% по массе.

Предпочтительно, чтобы твердый состав согласно настоящему изобретению, состоял из частиц, обладающих определенным средним размером. В некоторых вариантах реализации, частицы, образующие конечный твердый состав, обладают средним размером примерно от 0,1 мм до примерно 10 мм, примерно от 0,5 мм до примерно 8 мм, или примерно от 1 мм до примерно 5 мм. В конкретных вариантах

реализации, таких как гранулированные составы, полученные твердые частицы могут иметь в некоторой степени цилиндрическую форму. Соответственно, размер гранул может быть описан в терминах диаметра гранул и их длины. Более того, длина гранул может быть описана в терминах, относящихся к диаметру гранул.

Диаметр гранул, приготовленных согласно настоящему изобретению, может быть любым диаметром, признанным подходящим в данной области техники. В частных вариантах реализации, гранулы согласно изобретению имеют средний диаметр примерно от 0,4 мм до примерно 10 мм, примерно от 0,5 мм до примерно 8 мм, примерно от 0,6 мм до примерно 6 мм, примерно от 0,8 мм до примерно 4 мм, ил примерно от 0,8 мм до примерно 2 мм. Длина гранул согласно настоящему изобретению, согласно некоторым вариантам реализации, превышает диаметр гранул примерно в 1-8 раз. В других вариантах реализации, длина гранул превышает их диаметр в 1-6 раз или в 1-4 раза.

Как отмечено выше, в особых вариантах реализации, может быть желательным получить гомогенные смеси различных твердых композиций (например, двух или более видов различных пестицидных гранул). Поскольку диаметр гранул может влиять на гомогенность смеси, в некоторых вариантах реализации, является предпочтительным для каждой из различных композиций иметь практически одинаковые средние диаметры. В конкретных вариантах реализации, средний диаметр самых больших гранул в гомогенной смеси не более, чем примерно на 30% больше, чем средний диаметр самых маленьких гранул в гомогенной смеси. В других вариантах реализации, средний диаметр гранул, обладающих наибольшим диаметром, превосходит средний диаметр гранул смеси, обладающих наименьшим диаметром, не более чем примерно на 20%, не более чем примерно на 15%, или не более чем примерно на 10%. Предпочтительно, средние диаметры всех гранул в гомогенной смеси согласно изобретению различаются менее чем на 10%, менее чем на 5%, или менее чем на 1%.

Твердый состав согласно настоящему изобретению, может быть предоставлен в контейнере, таком как бутылочная тара, пакеты, и т.п. Однако, хотя это и не требуется, твердые композиции, относящиеся к настоящему изобретению, могут также быть упакованы в виде разовых доз. Под разовой дозой подразумевается количество композиции, которое добавляют в резервуар с водяным орошением. Упаковка для разовых доз, таким образом, может представлять собой упаковку, пригодную для прямого смешивания, например может представлять собой водорастворимый полимер. Подобные типы систем упаковки известны в соответствующей области техники и включают вкладыши, пакеты, мешки и другие водорастворимые упаковки. Типичные водорастворимые полимеры включают оксид полиэтилена, метилцеллюлозу и поливиниловый спирт. В других вариантах реализации, твердый состав согласно настоящему изобретению, может быть предоставлен в форме таблетки или другой подобной разовой дозы, в частности, шипучих таблеток. Шипучие таблетки могут включать разовую дозу твердого состава, согласно настоящему изобретению, в сочетании с бурно выделяющимися газ материалами, которые, при контакте с носителем, таким как вода, будут выделять пузырьки газа и облегчать высвобождение твердой композиции относящейся к настоящему изобретению, из таблеток. Не ограничивающие примеры шипучих агентов, которые могут быть использованы согласно изобретению, включают органические кислоты (такие как лимонная, стеариновая, малеиновая, янтарная, или винная кислоты) в сочетании с основой (такой как карбонат натрия или бикарбонат натрия).

Твердая композиция согласно настоящему изобретению, в частности, подходит для способов применения, при которых некоторое количество композиции смешивается в резервуаре с подходящим носителем для формирования тонкой дисперсии первичных частиц, которые могут быть применены на обрабатываемом участке путем
5 распыления. Разумеется, твердая композиция согласно настоящему изобретению, также может быть применена в сухом виде. При смешивании в резервуаре, твердая композиция может быть диспергирована в различных носителях, включая, но не ограничиваясь, воду, растительные масла, и составы на основе воды, такие как жидкие
10 удобрения. Разумеется, любые добавки, обычно используемые при смешивании в резервуаре, такие как поверхностно активные вещества, антидоты, удобрения, антиоксиданты, регуляторы рН, и т.п. могут также быть использованы с композицией согласно настоящему изобретению.

Настоящее изобретение также предлагает способы контроля нежелательных сельскохозяйственных вредителей. Способы могут включать применение на участке
15 твердого пестицидного состава, содержащего легкоплавкое соединение, обладающее пестицидной активностью, как описано в настоящем описании.

В конкретных вариантах реализации, способы, относящиеся к изобретению, могут
20 быть направлены на способы контроля сорных трав. В таких вариантах реализации, легкоплавкое активное соединение, в частности, может быть гербицидом, таким как флуроксипир.

ПРИМЕРЫ

Далее настоящее изобретение будет описано со ссылками к различным примерам.
25 Следующие примеры не предназначены для ограничения изобретения, а предлагаются только в качестве иллюстративных вариантов реализации.

ПРИМЕР 1

Приготовление твердого состава флуроксипира в виде ССГ (смачивающихся сухих
30 гранул).

Для приготовления 25% твердого состава флуроксипира в виде ССГ, 258 фунтов
технического флуроксипир мептила и 50 фунтов NI-SIL[®] 233 были помещены в
ленточный смеситель с электронными тензодатчиками. Соединения перемешивали в
течение 20 минут. После этого материал был пропущен через молотковую мельницу
35 для связывания NI-SIL[®] с флуроксипир мептилом.

Материал был перенесен во второй ленточный смеситель, и 90 фунтов
STEPSPERSE[®] DF 500, 20 фунтов STEPSPERSE[®] DF 200, 10 фунтов STEPWET[®] DF 90,
508 фунтов глины PARAGON[®], 40 фунтов MALTRIN[®] M-100, и 4 фунта лимонной
40 кислоты были помещены в смеситель. Компоненты состава перемешивали, как минимум, 30 минут.

После получения гомогенной смеси, загрузка была перенесена в вибраторный
бункерный питатель для подачи материала в воздушную мельницу с постоянной
45 скоростью, служившую для повышения эффективности размола. Неизмельченный материал большого размера был возвращен из мельницы в вибраторный питатель для повторного измельчения. Указанный процесс продолжали до тех пор, пока сухой материал был размолот в соответствии со спецификацией, при которой 90% частиц имели средний размер менее 20 микрон и средний размер частиц был менее 5 микрон.

Размолотый продукт переносили во второй миксер и дополнительно перемешивали
50 в течение 20 минут. Сухой размолотый порошок загружали в смеситель, добавляли 10 фунтов противовспенивателя SAG[®] 1572, смешанного с водой, для обеспечения консистенции «тестообразного» материала, содержащего примерно 15% влаги.

Секционный экструдер низкого давления был оснащен 1,0 мм экструзионной головкой, и «тестообразный» материал загружали гравиметрически в экструдер со скоростью, согласующейся со скоростью шнека, чтобы не превысить пороговое значение давления головки. Экструдированный материал ломался и свободно попадал в сушилку в псевдосжиженном слое.

Экструдаты попадали непосредственно в сушилку в псевдосжиженном слое, где содержание влаги было уменьшено до 0,5-2,0% (предпочтительно примерно 1%). Экструдаты помещали в отсеивающий аппарат, оснащенный 8 и 40 меш США сетчатым фильтром для разделения материала слишком большого размера, хорошего и тонкоизмельченного. Полученный состав имел содержание компонентов, указанное в Таблице 1.

		Таблица 1
Компонент	Масса, %	
Флуроксипир мептил	25,80	
(97,5%) STEPSPERSE® DF 500	9,00	
STEPSPERSE® DF 200	2,00	
STEPWET® DF 90	1,00	
PARAGON® Глина	51,70	
MALTRIN® M-100	4,00	
HI-SIL® 233	5,00	
Стеарат магния	0,10	
SAG® 1572	1,00	
Лимонная кислота	0,40	
Общее содержание	100%	

Другой состав флуроксипира в виде ССГ получили с содержанием активного компонента примерно 40%. 40%-ный ССГ состав была приготовлен по существу как описано выше, с тем отличием, что технический флуроксипир-мептил был вначале смешан с агентом для придания сыпучести, Toxisil 38AB, для импрегнирования кристаллов флуроксипир-мептила частицами Toxisil 38AB.

Связанный флуроксипир-мептил далее был объединен с диспергирующими агентами (STEPSPERSE® DF 500 и STEPSPERSE® DF 200), увлажняющим агентом (STEPWET® DF 90), разбавителем (PARAGON глина), связующим веществом (MALTRIN® M-100), и регулятором pH (лимонная кислота). Эту комбинацию далее гомогенизировали до однородной консистенции.

Гомогенную смесь измельчали до желаемого размера и затем подготавливали к гранулированию. Сухой размолотый порошок смешивали с пеногасителями (AF 30 IND и стеаратом магния) и водой для получения консистенции «тестообразного» материала, который гравиметрически загружали в экструдер. Экструдированный материал ломался и свободно попадал непосредственно в сушилку в псевдосжиженном слое. Полученный состав имел соотношение компонентов, представленное в Таблице 2.

		Таблица 2
Компонент	Масса, %	
Флуроксипир мептил (98,0%)	40,9	
STEPSPERSE® DF 500	9,0	
STEPSPERSE® DF 200	2,0	
STEPWET® DF 90	1,0	
PARAGON® Глина	29,6	

MALTRIN® M-100	7,0
Toxsil 38AB	8,0
Стеарат магния	0,1
AF 30 IND	1,0
Лимонная кислота	0,4
Вода	1,0
Общее содержание	100%

ПРИМЕР 2

Стабильность при форсированных условиях хранения

Проводили оценку стабильности 40% ССГ состава флуороксира, такого как указан в Примере 1. Устойчивость со временем суспендируемость являются ключевыми параметрами пригодности используемого твердого состава. Для оценки указанных характеристик полученных гранул, образцы гранул хранили в течение 4 недель при температуре 54°C (что эквивалентно хранению при стандартной комнатной температуре - т.е. примерно 25°C - в течение 4 лет) и в течение 8 недель при температуре 40°C (что эквивалентно хранению при стандартной комнатной температуре в течение 2 лет). Как проиллюстрировано ниже в Таблице 3 и Таблице 4, содержание активного компонента в гранулах почти не снизилось после хранения. Гранулы продемонстрировали незначительное увеличение диспергируемости и только небольшое снижение суспендируемости.

Время	Количество активного компонента, %	Диспергируемость	Суспендируемость
0-время	40,0%	18	92,1%
2 недели	39,9%	22	93,8%
4 недели	39,7%	20	90,3%

Время	Количество активного компонента, %	Диспергируемость	Суспендируемость
0-время	40,0%	20	95,1%
8 недель	39,8%	22	92,7%

Процентное содержание присутствующего активного соединения определяли, анализируя раствор состава методом обращенно-фазной жидкостной хроматографии на колонке Luna C-18 (2) (15 см × 4,6 мм, i.d). Другие эквивалентные колонки также могли быть использованы. Использовали подвижную фазу, состоящую из 70% ацетонитрила, 30% воды, пригодной для ВЭЖХ, и 0,05% фосфорной кислоты.

Элюируемые соединения были количественно определены при помощи 230 нм UV детектора, и цифрового интегратора. Детектор хроматографа устанавливали на фиксированную длину волны 230 нм с чувствительностью 0,02 поглощения. Скорость потока составляла 2,0 мл/мин, при температуре колонки 40°C.

В мерную колбу вместимостью 100 мл помещали аналитический стандарт известной чистоты (P) (0,04, 0,06, and 0,08+/- 0.01 г). Аналогично, в мерную колбу вместимостью 100 мл помещали 0,06+/- 0,01 г технического флуороксира. Объем доводили до метки подкисленным ацетонитрилом (2,0 грамма фосфорной кислоты на 4 литра ацетонитрила). Смесь обработали при помощи ультразвука в течение 10 минут, охладили до комнатной температуры и тщательно перемешали.

После того, как колонка пришла в равновесие и базовая линия стабилизировалась, 10 мкл стандартных растворов вводили в колонку. Стандартный раствор вводили повторно, и регистрировали площадь пика Флуороксира (S). Когда калибровочная

кривая готова (значения площадей пиков отличались не более чем на +/-1% от среднего), образцы флуороксибира вводят в колонку, и регистрируют площадь (А). Количество флуороксибира, присутствующего в образце, определяют, используя следующие расчеты:

$$RF \text{ стандарта} = (S / \text{масса стандарта (мг)}) \quad (1)$$

$$RF \text{ образца} = (A / \text{масса образца (мг)}) \quad (2)$$

$$\% \text{ Флуороксибира} = ((RF \text{ образца} / RF \text{ стандарта}) \times P) \quad (3)$$

В формулах (1)-(3), S - площадь пика флуороксибира в стандартном растворе, А - площадь пика флуороксибира в образце, RF - коэффициент чувствительности детектора, и P - чистота.

Диспергируемость рассчитывали путем диспергирования образца в воде при переворачивании до тех пор, пока не будет наблюдаться полная дисперсия. Мерный цилиндр наполняли 100 мл стандарта 342 ppm воды, и 0,3 грамма образца, плотно закрыв пробкой. Цилиндр повернули на 180 градусов для удаления образовавшихся пузырьков воздуха. Далее цилиндр вернули в вертикальное положение, что завершило один цикл переворачивания. В ходе цикла переворачивания, цилиндр держали под углом в 45 градусов относительно линии зрения, и визуально наблюдали недиспергированные гранулы, оседающие в цилиндре. Циклы переворачивания повторяли до тех пор, пока все гранулы не были диспергированы (т.е., гранула распалась, но необязательно до такого состояния, при котором не видно частиц - скорее, только до состояния, при котором не видно сходства частиц с нерастворенной гранулой, остающейся в цилиндре). Количество циклов, требуемых для того, чтобы все частицы были диспергированы, фиксировали в качестве показателя диспергируемости гранул.

Суспендируемость рассчитывали путем суспендирования в стандартной жесткой воде и отстаивания в течение 30 минут. Девяносто процентов суспензии удаляли и оставшийся раствор фильтровали, высушивали и рассчитывали Суспендируемость.

Более подробно, 1,0 +/- г образца взвесили в химический стакан вместимостью 150 мл, содержащий примерно 50 мл 342 ppm воды, и перемешали. Весь образец количественно перенесли из химического стакана в мерный цилиндр вместимостью 250 мл, используя 342 ppm воду, и разбавили до 250 мл 342 ppm водой. Цилиндр закрыли пробкой и аккуратно переворачивали, а затем возвращали в вертикальное положение 30 раз. Цилиндр находился в неподвижном состоянии в течение 30 минут, после чего 225 мл суспензии извлекали с использованием вакуумного насоса.

Бумажный фильтр взвесили и поместили в воронку Бюхнера, смочили водой. Воронку Бюхнера с бумажным фильтром поместили на колбу, и оставшуюся суспензию промыли на бумажном фильтре, используя 342 ppm воду. Бумажный фильтр вынули из воронки и поместили в сушильный шкаф, нагретый до 50°C. Когда фильтр был высушен, его вынули из сушильного шкафа и оставили при комнатных условиях на 30 минут. Затем фильтр взвесили, и эту массу использовали для расчета суспендируемости, как показано ниже.

$$\text{Масса фильтра} - \text{Масса тар} = \text{масса осадка} \quad (4)$$

$$((\text{масса образца} - \text{масса осадка}) / \text{масса образца}) \times 100\% \text{ суспензии} \quad (5)$$

ПРИМЕР 3

Эффективность твердого состава легкоплавкого активного соединения

Поскольку легкоплавкие активные соединения ранее было трудно или невозможно формулировать в виде стабильной, твердой композиции, такие легкоплавкие активные

соединения ранее получали в виде жидких составов. Например, флуроксипир-мептил ранее получали в виде жидкой, эмульгируемой концентрированной композиции, такой как продается под торговыми наименованиями STARANE® и ATTAİN®. Чтобы проиллюстрировать то, что составление смеси в виде твердого состава согласно
5 настоящему изобретению не влияет на гербицидную активность легкоплавкого активного соединения флуроксипир-мептила, твердый состав флуроксипир-мептила согласно настоящему изобретению протестировали вместе с известными жидкими составами флуроксипир-мептила.

10 40% ССГ состава флуроксипира, такого как описан в Примере 1, использовали отдельно или в сочетании с одной или более следующих добавок:

- неионное поверхностно-активное вещество (NIS) в количестве 0,25% объем/объем или 0,5% объем/объем;
- 15 - основная смесь (BB) NIS и источник азота (1% объем/объем);
- смесь NIS и твердого сульфата аммония в резервуаре (0,5 кг);
- концентрат масла сельскохозяйственной культуры (1% объем/объем); и
- 2,4-D сложный эфир гербицида с/без NIS.

Добавки использовали для того, чтобы определить, оказывают ли они какое-либо
20 влияние на свойства твердого состава флуроксипира. Гербицид 2,4-D является общепринятым компонентом для смешивания с флуроксипиром, и в форме сложного эфира используется, в частности, для того, чтобы определить, могут ли присущие сложному эфиру свойства вспомогательного средства повысить пригодность твердого
25 состава флуроксипира.

40% ССГ состав флуроксипира смешивали в резервуаре с водой (и возможной добавкой) и применяли в количестве 70, 105, или 140 г состава/га (2,5, 3,75, или 5 унций
30 состава продукта/акр). Жидкие STARANE® или ATTAİN® (и любая возможная добавка) были применены в количестве 70 или 105 г состава/га. Составы применяли для тестирования их способности контролировать сорные растения (кохия, гречиха, чертополох, или лен) среди посевов пшеницы. Для всех применений, повреждение посевов было оценено в менее чем 5%, что показывает безопасность использования
35 твердого состава в отношении посевов.

Процент контроля сорных растений для каждого применения в отношении каждого из четырех типов сорных растений показан на ФИГ.4-7. Как показано на ФИГ.4, три
40 применения STARANE® обеспечили примерно 84-90% контроля кохии. Контроль кохии при помощи 40% твердого состава флуроксипира в виде ССГ согласно настоящему изобретению, находился в диапазоне 75-93% в зависимости от относительного количества применения и используемого вспомогательного вещества. Для всех тестов, действие 40% ССГ твердого состава флуроксипира согласно
45 настоящему изобретению, было таким же, как и в случае жидкого состава STARANE®.

Как видно на ФИГ.5, комбинация с 2,4-D обеспечивает значительное улучшение
50 контроля гречихи как для 40% твердого состава флуроксипира в виде ССГ согласно настоящему изобретению, так и для жидкого состава STARANE®. Степень контроля для 40% твердого состава флуроксипира в виде ССГ согласно настоящему изобретению в количестве 105 г состава/га практически совпадала со степенью контроля жидкого состава STARANE® в таком же относительном количестве
55 применения. Подобные результаты можно видеть на ФИГ.6 для контроля сорного растения чертополоха.

Контроль сорного растения льна, проиллюстрированный на ФИГ.7, представляется

несколько более зависимым от выбора вспомогательного агента для 40% твердого состава флуороксипира в виде ССГ согласно настоящему изобретению.

Тем не менее, состав согласно настоящему изобретению, сохранял степень контроля (примерно 85-95%) равный таковому, обеспечиваемому жидким составом STARANE®.

Тестирование показало, что твердый состав флуороксипира был чувствителен к добавлению различных вспомогательных веществ. В частности, было обнаружено, что добавление сложного эфира 2,4-D повышало активность флуороксипира без добавления любого другого поверхностного вещества. Более того, было обнаружено, что твердый состав согласно настоящему изобретению, был более чувствителен к выбору вспомогательного вещества, чем к относительному количеству применения (т.е. сходные уровни контроля были достигнуты независимо от количества применяемого состава).

Многие модификации и другие варианты реализации изобретения, описанного в настоящей заявке, могут быть очевидны специалисту в данной области техники с учетом раскрытия, представленного в вышеприведенном описании. Таким образом, следует понимать, что изобретение не ограничивается раскрытыми частными вариантами реализации, и что модификации и другие варианты реализации должны быть включены в объем прилагаемых пунктов формулы изобретения. Хотя в настоящей заявке применяются специальные термины, они используются только в общем и описательном смысле, а не в целях ограничения.

Формула изобретения

1. Пестицидный твердый состав, содержащий:

отдельные частицы легкоплавкого активного соединения, импрегнированные частицами агента для придания сыпучести, причем указанное легкоплавкое активное соединение представляет собой сложный эфир флуороксипира; агент для придания сыпучести в форме частиц; и твердый разбавитель, при этом указанные частицы указанного легкоплавкого активного соединения импрегнированные частицами указанного агента для придания сыпучести, и твердый разбавитель объединены в гомогенную смесь, и легкоплавкое активное соединение и агент для придания сыпучести находятся в соотношении по массе примерно 5:1.

2. Твердый состав по п. 1, отличающийся тем, что сложный эфир флуороксипира представляет собой флуороксипир-метил.

3. Твердый состав по п. 1, содержащий примерно от 2% до примерно 15% по массе агента для придания сыпучести.

4. Твердый состав по п. 1, содержащий примерно от 10% по массе до примерно 70% по массе легкоплавкого активного соединения.

5. Твердый состав по п. 1, содержащий примерно от 10% по массе до примерно 80% по массе твердого разбавителя.

6. Твердый состав по п. 1, отличающийся тем, что агент для придания сыпучести содержит кремнийсодержащий материал.

7. Твердый состав по п. 6, отличающийся тем, что агент для придания сыпучести содержит гидрофобный диоксид кремния.

8. Твердый состав по п. 1, дополнительно содержащий регулятор рН в количестве, достаточном для поддержания рН указанного состава, когда он находится в

разбавленной водой форме, ниже примерно 7.

9. Твердый состав по п.8, содержащий примерно от 0,1% по массе до примерно 2% по массе регулятора рН.

10. Твердый состав по п.1, дополнительно содержащий связующий агент.

11. Твердый состав по п.10, содержащий по меньшей мере 4% по массе связующего агента.

12. Твердый состав по п.1, содержащий одно или более вспомогательных веществ, выбранных из группы, включающей диспергирующие агенты, увлажняющие агенты, связующие агенты, и пеногасители.

13. Твердый состав по п.1, отличающийся тем, что указанный твердый состав находится в форме гранулы.

14. Твердый состав по п.1, дополнительно содержащий одно или более дополнительных активных соединений.

15. Твердый состав по п.14, отличающийся тем, что одно или более дополнительное активное соединение представляет собой соединение, обладающее пестицидной активностью.

16. Твердый состав по п.1, отличающийся тем, что твердый состав содержит влагу в количестве менее, чем примерно 5% по массе.

17. Пестицидная смесь, содержащая одну или более групп различных твердых пестицидных гранул, в которой одна из групп содержит твердый состав по п.1.

18. Способ контроля нежелательных вредителей на ограниченном участке, включающий применение на участке твердого состава по п.1.

19. Пестицидный твердый состав, содержащий:

(а) примерно от 10% по массе до примерно 70% по массе легкоплавкого активного соединения в форме частиц, причем указанное легкоплавкое активное соединение представляет собой сложный эфир флуроксипира;

(б) примерно от 2% по массе до примерно 15% по массе агента для придания сыпучести в форме частиц, причем указанные частицы легкоплавкого активного соединения импрегнированы агентом для придания сыпучести;

(в) примерно от 10% по массе до примерно 80% по массе твердого разбавителя;

(г) примерно от 2% по массе до примерно 25% по массе диспергирующего агента;

(д) примерно от 1% по массе до примерно 15% по массе связующего агента;

(е) примерно от 0,1% по массе до примерно 5% по массе регулятора рН;

(ж) до примерно 5% по массе увлажняющего агента; и

(з) до примерно 5% по массе пеногасителя;

причем указанный твердый состав находится в форме гранулы с содержанием влаги в количестве менее чем примерно 5% по массе.

20. Твердый состав по п.19, отличающийся тем, что легкоплавкое активное соединение представляет собой флуроксипир-мептил.

21. Способ получения твердого состава, содержащего легкоплавкое активное соединение, включающий:

а) перемешивание примерно от 10% по массе до примерно 70% по массе легкоплавкого активного соединения в форме частиц с примерно от 2% по массе до примерно 15% по массе агента для придания сыпучести в форме частиц под действием большого сдвигающего усилия или воздействия для импрегнирования частиц легкоплавкого активного соединения частицами агента для придания сыпучести с формированием связанных частиц легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести;

- б) объединение связанных частиц легкоплавкого активного соединения и агента для придания сыпучести с примерно от 10% по массе до примерно 80% по массе разбавителя, примерно от 2% по массе до примерно 25% по массе диспергирующего агента, примерно от 1% по массе до примерно 15% по массе связующего агента, примерно от 0,1% по массе до примерно 5% по массе регулятора рН, и до примерно 5% по массе увлажняющего агента с формированием гомогенной смеси;
- в) измельчение гомогенной смеси с образованием частиц, имеющих средний размер примерно от 1 до примерно 15 мкм;
- г) дополнительную обработку частиц с добавлением увлажняющего агента в количестве, достаточном для получения способной к изменению формы смеси, содержащей влагу в количестве примерно от 10% до примерно 20% по массе; и
- д) формирование смеси с получением желаемой твердой формы;
- при этом все процентные соотношения основаны на конечной массе полученного твердого состава.

20

25

30

35

40

45

50

10

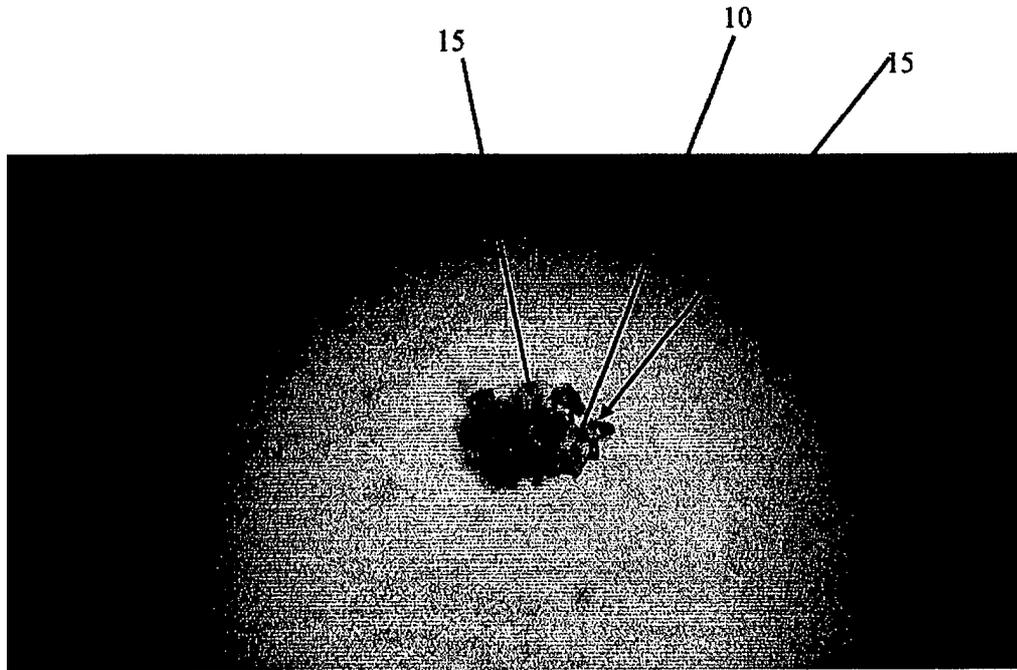


Фиг. 1

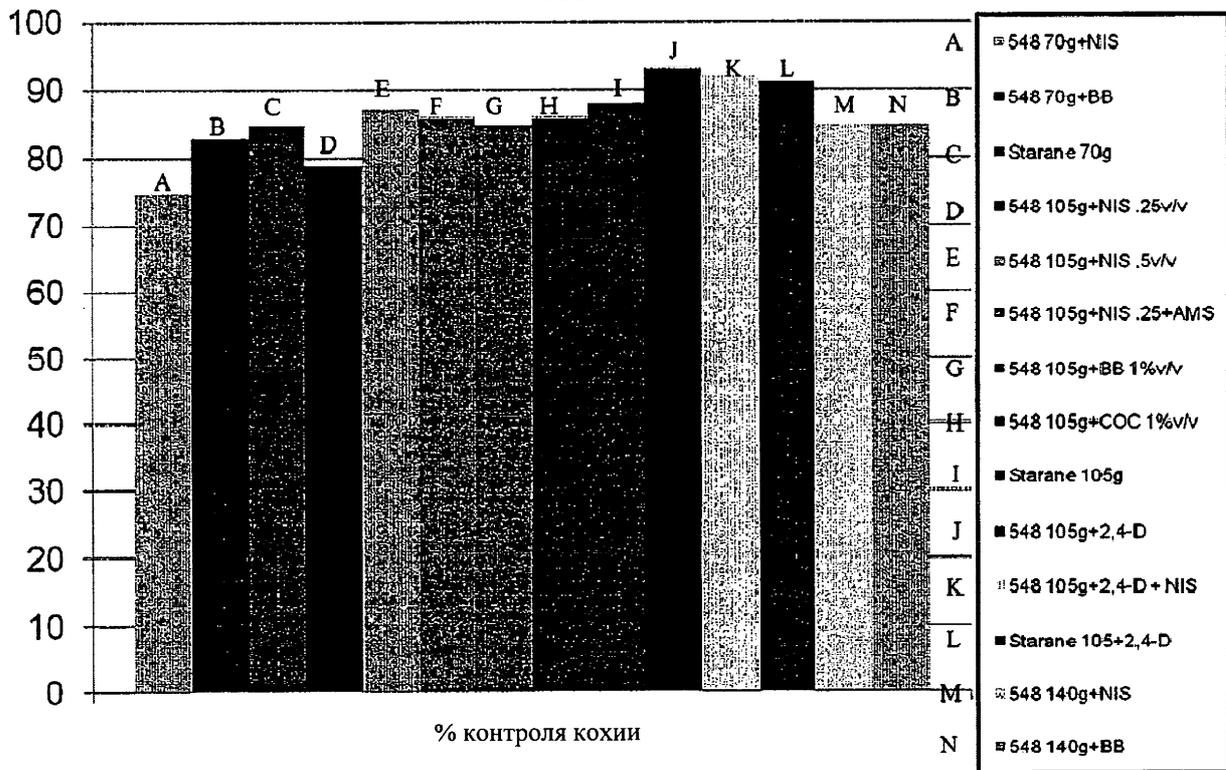
10



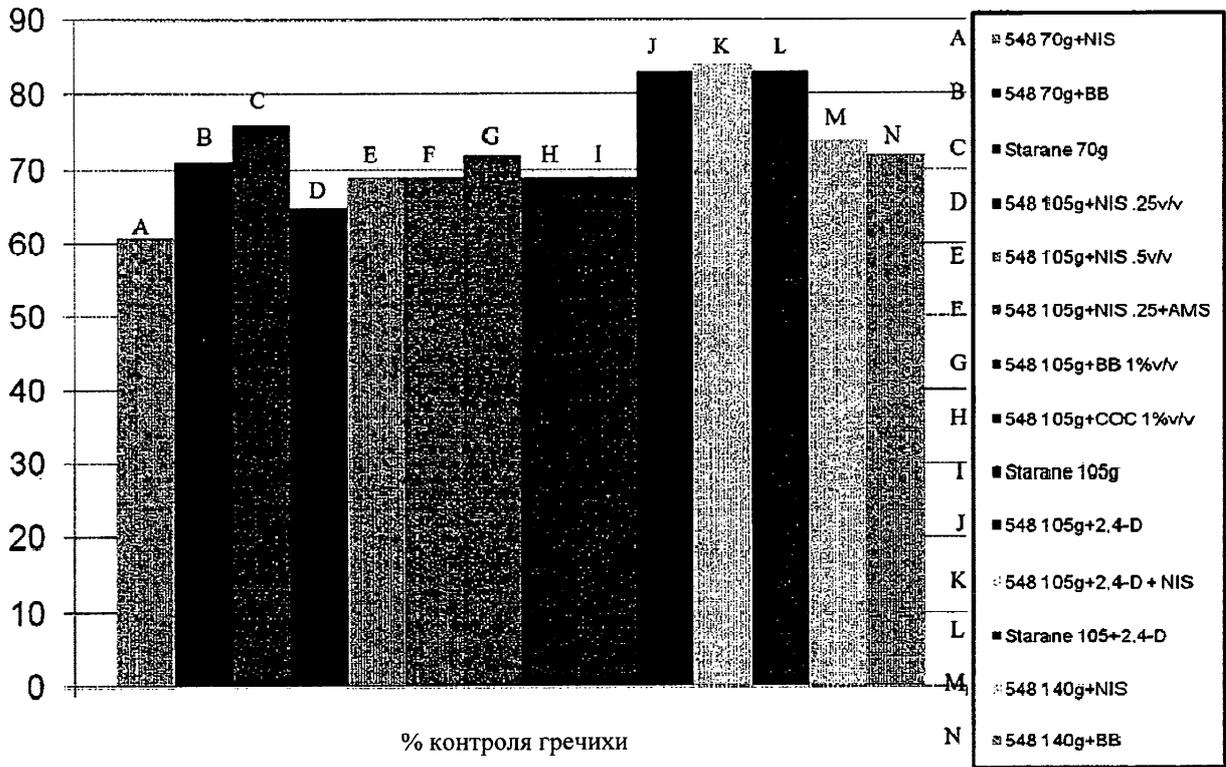
Фиг. 2



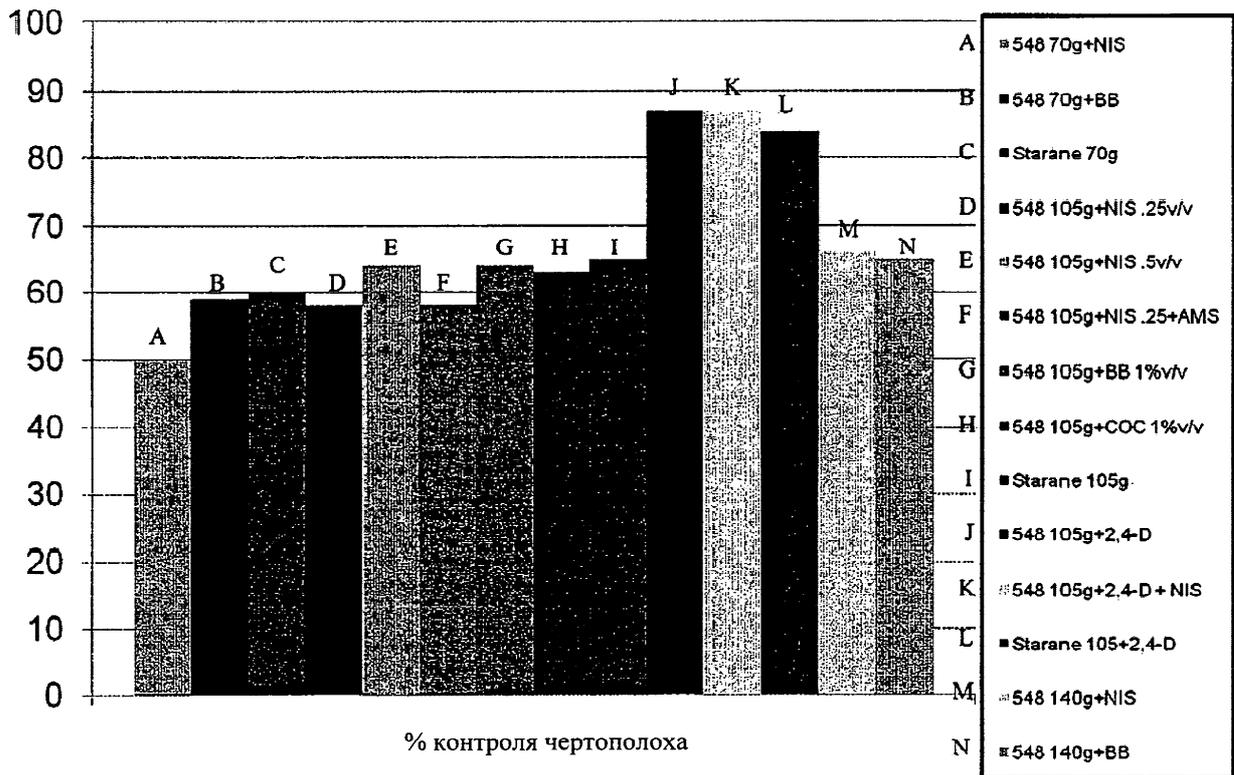
Фиг.3



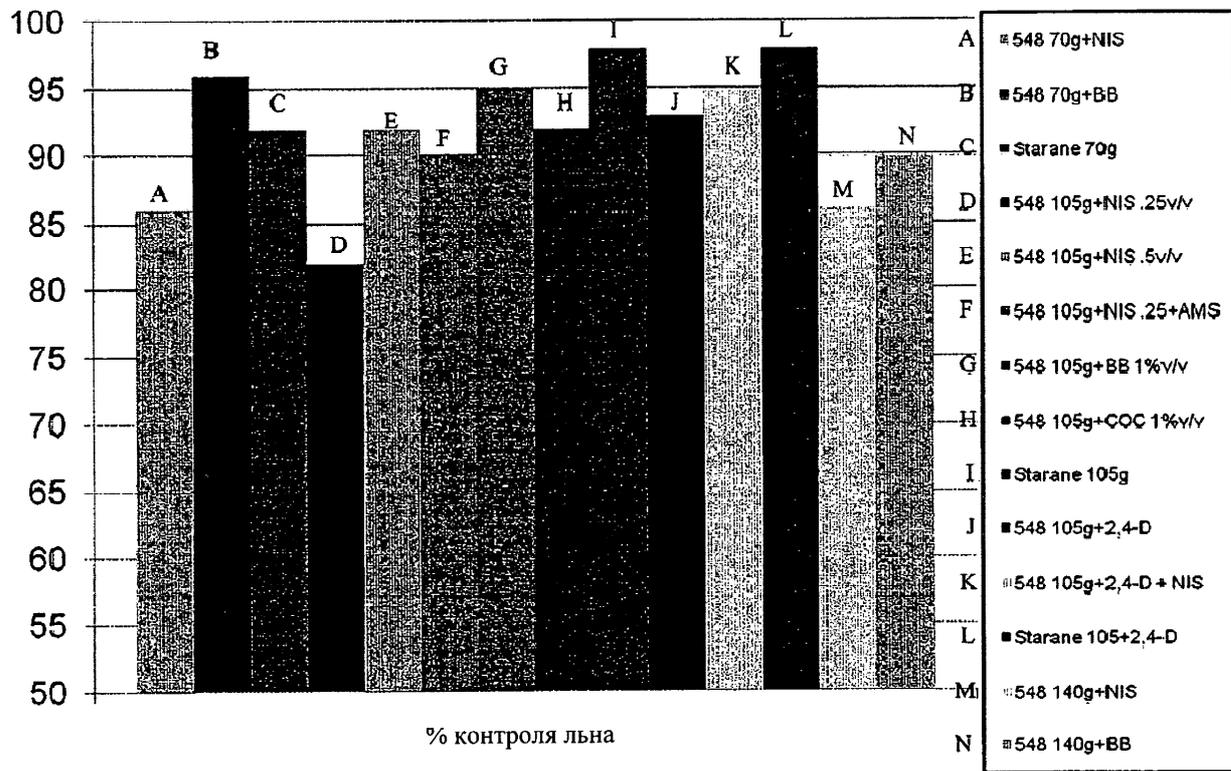
Фиг.4



Фиг.5



Фиг.6



Фиг.7