

(19) **KG** (11) **339** (13) **C2**(51)⁷ **A01N 25/14**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО ПО НАУКЕ И
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к патенту Кыргызской Республики



(21) 960462.1

(22) 31.07.1996

(31) 07/968.723; 07/968.926

(32) 30.10.1992; 30.10.1992

(33) US

(46) 01.10.2001, Бюл. №9

(86) PCT/EP 93/02792 (12.10.1993)

(71)(73) БАСФ Корпорейшн (US)

(72) Ферш Кен, Берн Томас (US)

(56) DE 4039875, 1991

FR 2082026, 1972

JP 58-124704, 1983

DE 2531426, 1976

FR 2636809, 1984

JP 219303, 1990

GB 2100603, 1983

DE 3542440, 1987

DE 2652163, 1978

Обз. инф. Вододиспергирующиеся гранулированные препараты. - М.: НИИТЭХим, 1988. - 15 с. Pest. Sci, 1993, 25, №4, 467

(54) Препаративная форма пестицида в виде вододиспергируемых гранул и способ получения

(57) Изобретение относится к диспергируемым препаративным формам солей водорастворимых или гигроскопичных пестицидных соединений и способу получения указанных гранулированных препаративных форм. Описаны препаративные формы растворимой или

гигроскопичной пестицидной соли в виде диспергируемых гранул и способ получения этих гранул. 2 с. и 9 з. п. ф-лы, 2 табл., 4 пр., 3 ил.

Изобретение относится к диспергируемым препаративным формам солей водорастворимых или гигроскопичных пестицидных соединений и способу получения указанных гранулированных препаративных форм.

К гранулированным препаративным формам пестицидов предъявляются основные требования: должна быть повышенной безопасность их при применении и для окружающей среды, а также они должны быть удобными при использовании их фермерами. Известны препаративные формы растворимых в кремнеземе и масле пестицидов в виде сухих текучих суспензий. Эти препаративные формы обычно адсорбировали твердым носителем, дробили, а затем гранулировали. Однако этот способ обычно непригоден для водорастворимых или гигроскопичных сельскохозяйственных препаратов.

Известный регулятор роста растений, имеющий тривиальное название мепикват-хлорид - это водорастворимая пестицидная соль, обычно применяемая в качестве регулятора роста семенных коробочек у хлопчатника с широким спектром действия (см. Khafaga, *Angew. Botanik* 57, 257-265 (1983); Sawan et al., *J. & Agronomy Plant Science* 154, 120-128 (1985); патенты US 3905798 и 4447255).

Мепикват-хлорид хорошо растворим в воде - более 600 г/л. Соединение очень гигроскопично и легко адсорбирует влагу из влажного воздуха, поэтому сухой порошок может превратиться в жидкость при нахождении во влажном воздухе. Кроме того, твердый материал быстро слипается при хранении и прилипает к поверхности контейнера, даже если исходное содержание в нем воды менее 0.5 %. Эти свойства чрезвычайно затрудняют гранулирование и диспергирование таких соединений, как мепикват-хлорид.

Отсюда следует, что существует потребность в способах получения диспергируемых, гранулированных препаративных форм водорастворимых или гигроскопичных пестицидных соединений, сохраняющих биологическую активность водорастворимого или гигроскопичного пестицидного соединения и позволяющих исключить стадию дробления.

Известно использование силиката кальция в качестве адсорбирующего носителя в твердой препаративной форме водорастворимого гербицида-параквата и его солей, который может содержать так же смачиватели и ПАВ (заявка GB №2100603). При этом на свойства препарата влияет количественное соотношение носителя и водного раствора активного вещества.

Известно также использование силиката кальция в смеси с глиной в качестве адсорбирующего носителя в пестицидных средствах (заявка FR №2082026).

Известен вододиспергируемый фунгицидный препарат, содержащий водорастворимые или гигроскопичные активные вещества, диспергатор, смачиватель и носитель, в качестве которого могут быть использованы природные и синтетические силикаты (заявка DE №4039875). Однако требуется улучшение вододиспергируемости получаемых частиц.

Вододиспергируемость частиц существенно улучшается с уменьшением их размера. Так, чем меньше размер частиц, тем лучше такие частицы диспергируются в воде. Пестицидные вододиспергируемые гранулы легко диспергируются в воде в полевых условиях простым ручным перемешиванием. Фермеру для обработки своего урожая пестицидами в виде их водной распыляемой дисперсии необходимо просто вручную размешать сухие вододиспергируемые гранулы в емкости с водой. Наличие после такого перемешивания в емкости слипшихся частиц является свидетельством того, что пестицидные гранулы не обладают или обладают в недостаточной мере необходимыми вододиспергируемыми свойствами.

Неполная и/или недостаточная вододиспергируемость пестицидных гранул может привести к неравномерному нанесению активного пестицидного компонента на выращиваемые растения и как следствие этого к снижению пестицидной активности используемого препарата.

Производителя вододиспергируемых пестицидных препаративных форм интересует сохраняемость во времени на постоянном уровне их вододиспергируемости, т.е. возможность использовать оставшиеся на складе и не затребованные в этом сезоне пестицидные продукты в следующем сезоне. Таким образом, помимо того, что применяемая пестицидная форма должна легко диспергироваться простым перемешиванием вручную в полевых условиях, ее изготовитель должен быть уверен в том, что качество продукта (в частности, его вододиспергируемые свойства) остается неизменным даже после длительного хранения.

Согласно настоящему изобретению предлагается препаративная форма пестицида в виде вододиспергируемых гранул, включающая эффективное количество соли водорастворимого или гигроскопичного пестицида, смачиватель, сульфированный диспергирующий агент, носитель. В качестве носителя форма содержит синтетический силикат кальция, адсорбирующий активный компонент в эффективном количестве, и дополнительно содержит деламинированный каолин в качестве наполнителя-связующего.

Предпочтительно препаративная форма пестицида в качестве сульфированного диспергирующего агента содержит лигносульфоновую кислоту или натриевую соль конденсата нафталинсульфоновой кислоты и формальдегида, либо смесь поливинилпирролидона с лигносульфоновой кислотой или натриевой солью конденсата нафталинсульфокислоты и формальдегида.

Обычно препаративная форма в качестве пестицида содержит регулятор роста растений, например, N,N-диметилпиперидинийхлорид либо гербицид.

Предлагаемые в настоящем изобретении пестицидные препаративные формы удовлетворяют вышеуказанным требованиям, т.е. предлагаемые в изобретении формы легко диспергируются в воде простым перемешиванием вручную и сохраняют свои вододиспергируемые свойства после длительного хранения.

Преимущества описанной в настоящем изобретении пестицидной препаративной формы обусловлены применением деламинированного каолина, который обеспечивает необходимую вододиспергируемость и возможность ее длительного хранения, при одновременном включении в состав формы синтетического силиката кальция в качестве носителя, водорастворимого или гигроскопичного пестицида, адсорбированного этим носителем, и сульфированного диспергирующего агента.

Подробно описанные ниже результаты опытов по определению вододиспергируемости трех близких друг к другу во всех отношениях пестицидных составов, отличающихся только тем, что для приготовления одного из них (в частности, в пестицидной форме 12) использовался деламинированный каолин, а для приготовления двух других (пестицидные формы 3' и 5) - обычный ламинированный каолин, при этом все три состава перемешивались как вручную, так и при акустическом воздействии.

Опыты с акустическим воздействием при перемешивании являются "контрольными" для определения вододиспергируемости образцов. Средний размер частиц (MPS) образца после перемешивания с акустическим воздействием является лучшим показателем его вододиспергируемости. Чем меньше за счет акустического воздействия после простого перемешивания уменьшаются средние размеры частиц образца (т.е. чем меньше Δ MPS), тем лучше его вододиспергируемость.

Кроме того, во время опытов определялась вододиспергируемость двух составов, которые подвергались "старению", т.е. хранению на складе в течение приблизительно одного года.

Из приложенных микрофотографий со всей очевидностью следует, что формы 3' и 5, в состав которых входит ламинированный каолин, после перемешивания вручную, не обладают достаточной вододиспергируемостью, поскольку у них наблюдается значительное изменение размера частиц (Δ MPS) после перемешивания с акустическим воздействием. С другой стороны, предлагаемая в настоящем изобретении форма, в которой содержится деламинированный каолин, приготовленная простым перемешиванием вруч-

ную, обладает полной диспергируемостью в воде, практически равной "идеальной" диспергируемости, которая достигается при перемешивании с акустическим воздействием. Для подтверждения этого достаточно просто сравнить микрофотографии, показанные соответственно на фиг. 1А-1В и 2А-2В с микрофотографиями, показанными на фиг 3А-3В.

Это подтверждает также вывод о том, что использование в форме деламинарованного каолина обеспечивает получение важного и непредсказуемого преимущества для препаративной формы, заключающегося в существенном увеличении ее стабильности при длительном хранении. Сравнивая фиг. 2С и 3С, можно сделать, вывод о том, что препарат с обычным ламинированным каолином (фиг. 2С) обладает крайне незначительной диспергируемостью при перемешивании вручную, что подтверждается наличием после старения значительной агломерации частиц и более чем двукратным увеличением MPS, по сравнению со свежеприготовленной формой (27 микрон после старения против 16 микрон у свежеприготовленной формы). Фиг. 3С позволяет сделать вывод о том, что заявленная форма может храниться в течение достаточно большого промежутка времени без заметного ухудшения его вододиспергируемых свойств. Фиг. 2D и 3D свидетельствуют о том, что для получения исходной вододиспергируемости каждую форму после ее длительного хранения нужно провести повторное перемешивание с акустическим воздействием. Однако для фермера перемешивание с акустическим воздействием является крайне нежелательным.

Из ранее известных публикаций со всей очевидностью не следует, что использование деламинарованного каолина в вододиспергируемых препаративных формах, содержащих водорастворимые или гигроскопичные пестициды, позволяет получить высокую вододиспергируемость при перемешивании вручную как непосредственно в момент приготовления формы, так и после ее длительного хранения.

Изобретение относится также к способу получения препаративной формы пестицида, указанного выше. Способ заключается в том, что соль водорастворимого или гигроскопичного пестицида в количестве, обладающем пестицидной активностью, наносят в виде водного раствора на твердую смесь, содержащую носитель - синтетический силикат кальция, наполнитель - связующее вещество - деламинарованный каолин, сульфированный диспергирующий агент и смачиватель. Затем проводят экструзию смеси, сушку полученных гранул и сортировку высушенной гранулированной пестицидной формы для удаления слишком мелких частиц.

Преимущественно в качестве сульфированного диспергирующего агента используют лигносульфовую кислоту или натриевую соль конденсата нафталинсульфокислоты и формальдегида, или смесь поливинилпирролидона с лигносульфовой кислотой или натриевой солью конденсата нафталинсульфокислоты и формальдегида.

В качестве пестицида может быть использован регулятор роста растений, например, N,N-диметилпиперидинийхлорид либо гербицид.

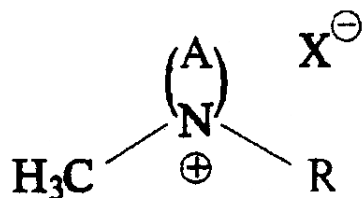
В способе, описанном в настоящем изобретении, используются твердые материалы с высокой адсорбирующей способностью для получения стабильного сухого продукта без использования стадии дробления для получения эффективного размера частиц диспергированного продукта.

Способ включает адсорбцию пестицида носителем с высокой адсорбирующей способностью. Композиция адсорбированный пестицид/носитель гранулируется способом, хорошо известным в этой области техники. Композиция гранулированный пестицид/носитель затем высушивается и сортируется для отделения любых частиц нестандартного размера.

Изобретение включает соли водорастворимых или гигроскопичных пестицидных соединений в эффективном количестве для использования в сельском хозяйстве.

Конкретные предпочтительные примеры включают соль N,N-диметил-пиперидиния, соль бентазона или натриевую соль ацифлуорфена в виде высококонцентрированных

порошков сухих текучих суспензий. Предпочтительные регуляторы роста растений (PPP) включают соли формулы:



где R обозначает метил или этил; X обозначает анион неорганической или органической, но нефитотоксичной кислоты, предпочтительно бромид или хлорид, и A обозначает цепь из 4 или 5 метиленовых групп, которая может быть замещена хлором, бромом, метилом, хлорметилом, бромметилом, гидроксиметилом и метиленом, или указанная цепь может содержать одну или две двойных связи, или A обозначает цепь $-(\text{CH}_2)_n\text{-NH-}$, где n равно 3 или 4, как описано в патенте US №3905798.

Конкретные предпочтительные примеры PPP включают 1,1-диметил-3,4-дегидропиперидинийбромид, 4-хлор -1,1-диметилпиперидинийбромид, 1,1-диметилгекса-гидропиридазинийбромид и 1,1-диметилпиперидинийхлорид. Наиболее предпочтительным регулятором роста растений является 1,1-диметил-пиперидинийхлорид (также известный, как N,N-диметилпиперидинийхлорид, мепикватхлорид или PIX).

Предпочтительные гербициды включают, например, натриевую соль бентазона (BASAGKAN®), натриевую соль ацифлуорфена (BLAZER®), натриевую соль септоксидима, диметиламиновую соль 2,4-D, дифензокватметилсульфат (AVENGE®) и их смеси.

Гранулы, описанные в изобретении, могут быть приготовлены адсорбированием действующих веществ твердыми носителями с высокой адсорбирующей способностью. После этого могут быть добавлены необязательные ингредиенты или аддитивные присадки. Сырой порошок затем гранулируют способом, хорошо известным в этой области техники, включающим, но не ограничивающим объем изобретения, экструзию, гранулирование в чане и агломерацию Schugi (Шуги).

Способ, описанный в изобретении, исключает необходимость стадии дробления. Исключение этой стадии снижает стоимость и время изготовления продукта, позволяют рабочему избежать контакта с попадающей в дыхательную систему пылью, обычно образующейся при промышленных процессах дробления.

Размер гранул определяется их применением; однако предпочтительный диаметр гранул при экструзии составляет от 0.7 до 1.5 мм, а при других способах гранулирования от примерно -8 до примерно +30 меш.

Сырые гранулы затем высушивают способом, хорошо известным в этой области техники, включающим, но не ограничивающим объем изобретения, сушку в термостате или сушку в псевдоожиженном слое. Сушку обычно проводят в пределах от примерно 4 до примерно 60 минут.

После завершения стадии сушки гранулы сортируют, чтобы удалить мелкие частицы и пыль. Размеры готовых гранулированных частиц предпочтительно должны представлять смесь примерно <1.0 вес. % +8 меш, <3.0 вес. % -30 меш и <0.2 вес. % -100 меш. Предпочтительный средний размер диспергированной частицы составляет примерно <40 микрон после 5 минут растворения без акустического воздействия. Объемная плотность в рыхлом состоянии составляет от примерно 0.34 до 0.50 г/мл. Объемная плотность в упакованном состоянии предпочтительно составляет от примерно 0.36 до 0.54 г/мл.

Когда готовые гранулы суспендируют, содержание в них твердых суспендированных частиц предпочтительно должно быть более 50 % в соответствии со стандартами в этой области техники, а содержание в них действующего вещества должно быть более 90 %. Предпочтительный средний диаметр готовой гранулы составляет примерно 1.5 мм. Предпочтительно, чтобы продукт имел минимальное количество посторонних примесей или контаминантов.

Среди адсорбирующих твердых носителей известны, например, синтетические кремнеземы, почвенные минералы, такие как кремневая кислота, силикагели, силикаты, тальк, каолин, Attaclay (порошкообразный носитель для средств борьбы с вредными насекомыми на основе аттапульгита), известняк, известь, мел, железистая известковая глина, лесс, глинозем, доломит, диатомовая земля (кизельгур), синтетические силикаты кальция (продаются под названием Microcel E), сульфат кальция, сульфат магния, оксид магния и их смеси.

Согласно изобретению, адсорбирующим твердым носителем является синтетический силикат кальция. Синтетический силикат кальция обеспечивает значительную адсорбцию активной части (пестицид + вода для гранулирования) носителем с минимальной агломерацией. Эта комбинация обладает повышенной устойчивостью к переменным сдвиговым напряжениям, возникающим при окончательном перемешивании в емкости.

В основном, препаративные формы, описанные в настоящем изобретении, содержат приблизительно от примерно 0.1 до примерно 95 %, предпочтительно от примерно 5 до примерно 50 % действующего вещества.

Отношение носителя к активной части (пестицид + вода для гранулирования) составляет от примерно 0.1 до примерно 2.0 и более предпочтительно от примерно 0.2 до примерно 1.0 вес. %.

Хотя ниже указаны количества концентраций различных компонентов изобретения, однако могут потребоваться небольшие изменения для того, чтобы подобрать конкретные характеристики пригодных активных веществ, которые могут быть использованы в изобретении.

Сульфированные диспергирующие агенты могут быть включены в гранулу таким же образом, как и активная часть. Подходящими примерами диспергирующий агентов являются неионогенные или анионогенные поверхностно-активные вещества.

Конкретные подходящие примеры включают конденсированную соль сульфоната натрия (продается под названием Morwet D-425, фирмой Desoto, Inc., Дес Плейнс, штат Иллинойс), поливинил-пирролидон (продается под названием Polypladone XL-10 фирмой International Speciality Products, Вейн, штат Нью-Джерси) или Kollidon C1 M-10 фирмой BASF Corporation, Парсиппани, штат Нью-Джерси), органосиликоны, как по-лиалкиленоксидная модификация полидиметилсилиоксана (продается под названием Silwet 7607 фирмой Union Carbide Corporation), этоксилаты, такие как 2,6,8-триметил-4-нониллксиполи-этиленэтанол (продается под названием Tergitol TMN6 фирмами Union Carbide Chemicals и Plastics Company, Inc.), лигносульфоновые кислоты, такие как Reax 88A, или композиции на основе лигносульфоновой кислоты со смачивающими агентами, например, как Reax 45DTC (оба продаются фирмой Westavco, Чарльстон Хейтс, Южная Каролина).

Наиболее предпочтительными диспергирующими агентами являются композиции на основе лигносульфоновой кислоты или конденсированные соли сульфоната натрия. Из них наиболее предпочтительными для применения являются смесь либо композиций на основе лигносульфоновой кислоты, либо конденсированных солей сульфоната натрия с поливинилпирролидоном (ПВП). Диспергирующий агент, применяемый в изобретении, может составлять от 0 до примерно 15.0 вес. %, предпочтительно от примерно 0.5 до примерно 15.0 вес. %. Диспергирующий агент ПВП предпочтительно составляет от 0 до 5.0 вес. % и наиболее предпочтительно от примерно 0.2 до примерно 2.0 вес. %.

Также может быть использован смачивающий агент. Подходящие примеры включают неионогенные и анионогенные поверхностно-активные вещества, и, более конкретно, смеси алкилкарбоксилатов и сульфированного алкилнафталина и их натриевые соли (продается под названием Morwet EFW фирмой Desoto, Inc., Дес Плайнес, штат Иллинойс). Смачивающий агент предпочтительно составляет от примерно 0.0 до 10 вес. % и наиболее предпочтительно от примерно 0.5 до примерно 10.0 вес. %.

Кроме того, в композицию изобретения могут быть включены адсорбирующий

наполнитель/связующее вещество.

Наполнителем/связующим веществом является деламинированный каолин (продается под названием Englehard ASP-NC фирмой Englehard Chemical Corp.). Однако возможно использование в качестве адсорбирующего наполнителя/связующего вещества слюды или глины типа каолина, аттапульгита, монтмориллонита или бентонита и их смеси. Наполнитель/связующее вещество, применяемые в изобретении, могут составлять от 0 до примерно 60 вес % и наиболее предпочтительно от примерно 1.0 до примерно 40 вес. %.

Кроме вышеперечисленных компонентов, композиции, описанные в изобретении, могут также включать другие ингредиенты или адъюванты (вещества, усиливающие действие другого вещества), обычно применяемые в этой области техники.

Примерами таких ингредиентов являются агенты, контролирующие текучесть, противовспенивающие агенты, стабилизаторы дисперсии, поверхностно-активные вещества, удобрения, фитотоксиканты, прилипатели, элементы в следовых количествах, синергисты, антидоты, их смеси и другие адъюванты, хорошо известные в области пестицидов.

Однако для получения оптимального эффекта предпочтительно применять композиции настоящего изобретения наряду с последующими обработками с добавлением указанных других компонентов.

Препаративные формы, описанные в изобретении, имеют хорошую стабильность при хранении.

Препаративные формы, описанные в изобретении, можно наносить на надземные части растений. Обработка жидкими композициями и композициями с твердыми частицами надземных частей растений может быть проведена общепринятыми методами, например, механической и ручной обработкой, с использованием опрыскивателей и дустеров. Композиции могут при желании применяться для опрыскивания с воздуха. Смеси, описанные в изобретении, предпочтительно использовать в форме водных дисперсий. Смеси можно наносить общепринятыми методами, например, опрыскивая, распыляя, смачивая или дезинфицируя семена.

Формы применения полностью зависят от целей, для которых композиции используются. Во всех случаях, они должны обеспечивать хорошее распределение действующих веществ в композиции.

Вышеназванная препаративная форма регулятора роста растений, может быть, затем диспергирована в воде, и нанесена с помощью опрыскивания на растения, в соответствии со способом изобретения.

Применяемый в описании термин "пригодный для сельского хозяйства" включает использование в сельском хозяйстве, промышленности и в жилых домах.

Применяемые в описании термины "пестицид(ы)" или "пестицидный" включают регуляторы роста растений, инсектициды, акарициды, нематоциды, фунгициды, митициды, гербициды, альгициды, бактерициды и моллюскоциды.

Применяемые в описании термин "регулятор(ы) роста растений" (далее сокращенно "РРР") или "регуляция" включают следующие типы воздействия:

ингибирование роста клеток, например, уменьшение высоты стебля и расстояния между узлами, укрепление стенки стебля, что повышает устойчивость к полеганию;

компактное выращивание декоративных растений для экономичного производства растений улучшенного качества; стимулирование улучшенного плодоношения; увеличение количества завязей с целью повышения урожайности;

стимулирование старения ткани в зоне опадания плодов;

дефолиация саженцев и декоративных кустов и деревьев для пересылки по почте осенью;

дефолиация деревьев для прерывания паразитических цепей инфекции;

ускорение созревания плодов с целью программирования урожая путем сведения урожая к одному или двум сборам и прерывания цепи питания вредных насекомых.

Применяемые в описании Препаративные формы по изобретению можно использо-

вать для получения как расфасованных, так и баковых смесевых композиций.

Данные относительно состава и функции, приведенного в примерах "Agrimer ATF", даны в опубликованном каталоге изготовителя.

Цитрат натрия (см. пример 2) используется как комплексообразователь для катионов, обуславливающих жесткость воды.

Термин "ламинированный каолин" описан в каталоге фирмы Englehard Chemical Corp. Эта фирма является также поставщиком указанного наполнителя/связующего "Englehard ASP-NC".

Действие композиций настоящего изобретения является эффективным даже при низких нормах расхода. Для данной композиции опытному специалисту не составит труда быстро определить с помощью стандартных экспериментов оптимальное соотношение ингредиентов композиции.

Пример 1.

Были использованы следующие компоненты:

Сырье	при 25°C	Поставщик.	вес/вес, г/кг
Мепикват-хлорид ^{*)}	жидкость	BASF Corp.	примерно 350
Microcel E	порошок	Manville Corp.	293
Morwet EFW	порошок	Witco Corp.	30
Morwet® D-425	порошок	Witco Corp.	50
Agrimer® ATF	порошок	GAF Chemicals Corp.	10
Тонкая глина Barden	порошок	J.M. Huber Corp.	250
Остаточная вода	жидкость	Водопроводный кран	15-20

^{*)} Технический продукт (желтого цвета).

При содержании воды в описанном выше продукте 1.5 вес. %, содержание действующего вещества (д.в.) в препаративной форме составляет 35.2 вес. %. Если содержание воды в продукте достигнет 2 вес. %, тогда препаративная форма будет содержать 35.0 вес. % активного вещества.

Синтетический силикат кальция (Microcel E, кристаллическая, свободная от кремния форма (ККС) диатомовой земли) был использован в качестве носителя. Смесь алкилкарбоксилата и натриевой соли сульфированного алкил-нафталина (Morwet EFW) была использована в качестве смачивающего агента. Конденсированная натриевая соль нафталинсульфоокислоты (Morwet D-425) была также использована в качестве связывающего и диспергирующего агента.

Подача состава - порционная.

Был вычислен размер порции для полной загрузки используемой мешалки. Взвешенные количества каждой порции твердого сырьевого материала загружали в мешалку. Для гомогенизации материалов была использована мешалка с ленточной винтовой лопастью из нержавеющей стали, лопастная мешалка, месильная машина или другие пригодные смесители. После добавления к порции жидкостей (действующее вещество и вода для грануляции) в ней было около 34 % воды и объемная плотность сырья, подаваемого в экструдер, поднялась до 0.55 г/мл. Мешалка была оборудована распыляющими соплами для действующего вещества и для воды и устройством для выделения воздуха. Время перемешивания с соответствующим образом заполненной пропеллерной мешалке с ленточной винтовой лопастью или лопастной мешалке было приблизительно 20 минут. В мешалку были добавлены Micro-Cel® E, а затем глина.

Взвешенные количества технического мепикват-хлорида и воды добавляли в полиэтиленовый или из нержавеющей стали смеситель для жидкостей с лопастью и перемешивали в течение 5 минут. Полученный продукт разбрызгивали на предварительно

перемешанные твердые материалы. Время перемешивания после добавления всей жидкой фракции составило примерно 5-10 минут.

Подача состава - полунепрерывная.

Твердый сырьевой материал перемешивали согласно вышеописанному способу приготовления. Раствор мепикват-хлорида и воду приготавливали, используя около половины теоретически рассчитанного количества воды. Эту смесь перемешивали в течение примерно 5 минут. Перемешанный твердый материал был отмерен для мешалки непрерывного действия гравиметрическим дозатором.

Для этого количество твердого материала и количество жидкости было рассчитано так, чтобы в сухом продукте получить около 35 вес. % мепикват-хлорида. Насос вытесняющего действия откалибровывали таким образом, чтобы обеспечить эту скорость течения. Жидкость разбрызгивали на перемешиваемый твердый материал в смесителе непрерывного действия.

Вторая струя жидкости, состоящая из одной воды, также была разбрызгана на перемешиваемый твердый материал в смесителе непрерывного действия. Эту струю использовали для контроля консистенции сырого твердого материала, загружаемого в экструдер. Ее скорость регулировали по необходимости.

Экструзия (выдавливание) и сушка.

Твердый материал, смоченный действующим веществом, и воду подавали в экструдер Luwa с перфорированным барабаном *) соответствующего размера. Экструзию продукта проводили на 1.5 мм матрице. Экструдированную заготовку перегружали в сушилку из нержавеющей стали с псевдоожиженным слоем, где содержание воды снизилось менее чем до 2 вес. %.

Температуру высушивающего воздуха поддерживали на уровне не выше 75°C, не повреждая продукт.

Просеивание.

Для отделения слишком крупных и слишком мелких частиц продукта был использован сетчатый сепаратор вибрационного действия с 8 и 30 сетками US Sieve. Продукт был просеян до примерно (-8) в +30 меш US Sieve. Выход фракции с увеличенным размером +8 был очень мал, и она была переработана вторично вручную. Мелкая фракция (-30) составила от 2 до 8 вес. % от выхода из сушилки. Она может быть добавлена в смеситель для сухого твердого материала (вместе с любой повторно используемой пылью). В том случае, если предпочтителен полунепрерывный процесс, то может потребоваться регулирование расхода воды.

Опыты по определению гигроскопичности.

Были проведены опыты по определению гигроскопичности, которые показали, что скорость адсорбции воды зависит от относительной влажности. При относительной влажности 76 % после 2 часовой экспозиции продукт поглотил только 5 вес. % воды и полностью сохранил свое гранулированное строение.

Определение размера частицы.

Метод оценки характеристик препаративной формы должен позволить определить средний размер (диаметр) диспергированных частиц. Был использован, гранулометр Cillas модель 715. Образец был помещен в воду, которая перемешивалась с использованием -50 % мощности. Примерно через пять минут был определен средний размер частиц. Затем образец подвергался акустическому воздействию в течение 30 с и был определен другой средний размер частиц. Соникация или использование энергии звука обеспечивает очень значительное перемешивание.

Наиболее предпочтительными препаративными формами являются те, у которых значения среднего размера диспергированных частиц практически одинаковы до и после

* LCI-экструдер с перфорированным барабаном; экструдер очень низкого давления; сырой порошок загружается в экструдер сверху, и лопасти протирают его через сетку; экструдат, сырые комочки, собираются и позднее высушиваются.

соникации.

Все следующие препаративные формы были испытаны по вышеуказанной методике.

Таблица 1

Препаративная форма №	1	2	3	4	5
Мепикват-хлорид ^{*)}	34,5	35.2	35.2	35.5	35.4
Morwet® EFW	3.0	2.0	3.0	3.0	3.0
Morwet® D-425	9.8	10.0	5.0	10.0	5.0
Reax® 45 DTC	-	-	-	-	
ПВП	-	2.0	-	-	1.0
Sipemat® 50 S ¹⁾	28.5	29.3	29.3	-	-
Micro-Cel®E	-	-	-	29.0	29.2
Тонкодисперсная глина Barden®	22.6	20.0	27.5	21.0	24.9
ASP-NC ²⁾	-	-	-	-	-
Остаточная вода	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Средние размеры частиц в микронах					
Свежие образны:					
Без акустического воздействия	86	56	46	34	27
С акустическим воздействием	11	10	9	15	16
Стабильность при длительном хранении					
6 месяцев, 40°С, в пленке ПВА 8030:					
Без акустического воздействия	74				
С акустическим воздействием	17				
1 год, 25°С, в сосуде из ПЭВП:					
Без акустического воздействия	51				
С акустическим воздействием	16				

¹⁾ технический продукт,

¹⁾ тонкоразмельченный, осажденный синтетический аморфный гидрат диоксида кремния (Chemical Abstracts №112926-00-8),

²⁾ деламинированный каолин (Chemical Abstracts №1332-58-7).

Таблица 2

Препаративная форма №	6	7	8	9	10	11	12
Мепикват-хлорид ^{*)}	35.2	35.2	35.2	35.2	35.2	35.2	35.2
Morwet® EFW	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
Morwet® D-425	-	5.0	5.0	5.0	-	5.0	-
Reax® 45 DTC	5.0	-	-	-	5.0		5.0
ПВП	1-0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Sipernat® 50 S ¹⁾	-	-	-	-	-	-	-
Micro-Cel®E	29.3	29.3	29.3	29.3	29.3	22.3	22.3
Тонкодисперсная глина Barden®	25.0	25.0	-	25.0	-	-	-
ASP-NC ²⁾	-	-	25,0	-	25,0	32.0	32.0
Остаточная вода	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Средние размеры частиц в микронах							
Свежие образцы:							
Без акустического воздействия	19	24	20	33	23	18	16
С акустическим воздействием	17	16	17	16	16	15	16
Стабильность при длительном хранении							
1 мес., 50°С, в пленке ПВА 8030:							
Без акустического воздействия	58				27	24	18
С акустическим воздействием	15				17	15	16
1 мес., 50°С, в пленке из КВ ПВА:							
Без акустического воздействия	51					25	17
С акустическим воздействием	16					15	16

^{*)} технический продукт.

В следующих примерах использовали методы, описанные в вышеприведенных

примерах, но использовали соли водорастворимых пестицидов. Как видно по результатам опытов с облучением звуковыми волнами, эти препаративные формы пестицидов являлись активными продуктами.

Пример 2: Ацифлуорфен WG

Ацифлуорфен (34.5 г/кг)	34.6%
Micro-Cel® E	25.6%
Morwet® EFW	3.2%
Morwet® D-425	5.3%
Agrimer ATF	1.0%
Цитрат натрия	14.8 %
Englehard ASP-NC	14.1 %
Остаточная вода	1.5 %.

Без акустического воздействия средний размер частиц 20 микрон.

С акустическим воздействием средний размер частиц 17 микрон.

Пример 3: Бензатон WG

Натриевая соль бентазона (400 г/кг)	40.1 %
Micro-Cel® E	22.4 %
Morwet® EFW	2.4 %
Reax® 45 DTS	6.5 %
Agrimer ATF	0.8 %
Глина Barden®	26.3 %
Остаточная вода	1.5 %.

Без акустического воздействия - средний размер частиц 18 микрон.

С акустическим воздействием - средний размер частиц 18 микрон.

Несмотря на то, что частные примеры осуществления изобретения были описаны выше для иллюстративных целей, но для специалистов в этой области техники понятно, что могут быть сделаны многочисленные вариации деталей без отклонения от сути изобретения, описанного в пунктах формулы изобретения.

Пример 4.

Ниже приведен отчет об испытаниях с одним примером для состава, не содержащего поливинилпирролидон. Этот пример подтверждает, что гранулы без поливинилпирролидона (рецептура А) обладают более высокой диспергируемостью. По мнению заявителя, данные сведения доказывают, что признак, относящийся к наличию поливинилпирролидона в составе, не является существенным признаком заявленного изобретения. Этот пример показывает, что наличие поливинилпирролидона не является обязательным.

Рецептура	А (г)	В (г)
Мепикват-хлорид (технический продукт)	39.6	39.6
Morwet® EFW	3.4	3.4
Morwet® D-425	5.6	5.6
Sipernat® 50 S ¹⁾	-	33.0
Micro-Cel® E	25.6	-
ASP-NC ²⁾	36.7	28.1
Остаточная вола	19.5	28.5
Agrimer® ATF (ПВП)		1.1
Средние размеры частиц в микронах	А	В
Свежие образцы:		
Без акустического воздействия	14.8	37.4
С акустическим воздействием	15.5	10.5

¹⁾ тонко измельченный, осажденный, синтетический аморфный гидрат диоксида кремния (Chemical Abstracts №112926-00-8).

²⁾ деляминированный каолин (Chemical Abstracts №1332-58-7).

Вывод:

Препаративная форма А (без Agrimer®) обладает такой же диспергируемостью, что и форма В (с Agrimer®) (для сравнения см. таблицы 1 и 2, приведенные выше). Agrimer® - гомополимер поливинилпирролидона.

Проведенные опыты и представленные микрофотографии подтверждают эффективность вододиспергируемых пестицидных композиций, в состав которых включен в качестве наполнителя/связующего деляминированный каолин.

В частности, как описано выше, были приготовлены формы 3, 5 и 12 (см. таблицы 1, 2). В форму 3 был добавлен 1 % поливинилпирролидона (ПВП), и далее эта форма обозначена как форма 3'. Таким образом, форма 3', 5 и 12, содержат одни и те же компоненты, за исключением того, что в форме 12 содержится деляминированный каолин, а в формах 3' и 5 - неделяминированный каолин.

Вододиспергируемость всех трех форм 3', 5 и 12 определяли двумя способами: при помещении образца в воду и перемешивании вручную образовавшейся смеси и при помещении образца в воду и перемешивании с использованием звуковой энергии (в дальнейшем "перемешивание с акустическим воздействием"). Для определения диспергируемости в обоих случаях были сделаны соответствующие микрофотографии.

Микрофотографии, показанные на фиг. 1А и 1В, позволяют определить диспергируемость формы 3' при простом перемешивании и при перемешивании с акустическим воздействием, соответственно. При простом перемешивании средний размер частиц (MPS) составил около 51 микрона, а при перемешивании с акустическим воздействием - около 10 микрон, т.е. разница в MPS (AMPS) составила около 41 микрона.

Микрофотографии, показанные на фиг. 2А и 2В, позволяют определить диспергируемость формы 5 при простом перемешивании и при перемешивании с акустическим воздействием, соответственно. При простом перемешивании средний размер частиц (MPS) составил 25 микрон, а при перемешивании с акустическим воздействием - около 17 микрон, т.е. разница в MPS (AMPS) составила около 8 микрон.

Микрофотографии, показанные на фиг. 3А и 3В, позволяют определить диспергируемость предлагаемой в изобретении формы 12 при простом перемешивании и при перемешивании с акустическим воздействием, соответственно. При простом перемешивании средний размер частиц (MPS) составил всего около 16 микрон. Сравнение фиг. 3А и 3В говорит о том, что и при перемешивании вручную и при перемешивании с акустическим воздействием получается одно и то же значение MPS, равное в данном случае 16 микрон.

Для того чтобы определить влияние деляминированного каолина на длительность хранения форм, сухие формы 5 и 12 хранили на складе в обычных атмосферных условиях в течение приблизительно одного (1) года, а затем перемешивали вручную и с акустическим воздействием, соответственно, по описанной ранее методике. Как видно из фиг. 2С, форма 5 после старения при простом перемешивании образует агломераты с недопустимым средним размером частиц (MPS) порядка 61 микрона, что приблизительно в два раза превышает MPS свежеприготовленной и перемешанной вручную формы 5 (см. фиг. 2А). Напротив, для перемешанной вручную после выдержки формы 12 MPS составил, как показано на фиг. 3С, приблизительно 27 микрон. В обоих случаях, как показано на фиг. 2D и 3D, при перемешивании с акустическим воздействием после длительного хранения форм 5 и 12 был получен практически такой же MPS, как и у свежеприготовленных с акустическим воздействием форм.

Представленные микрофотографии являются доказательством того, что фермер

может легко диспергировать описанные в заявке препаративные формы, получая при простом перемешивании вручную препараты с небольшими размерами частиц. Возможность такого диспергирования форм, в состав которых входит деламинарованный каолин, дает значительные преимущества по сравнению с формами, в которых содержится неделами-нированный каолин.

Формула изобретения

1. Препаративная форма пестицида в виде вододиспергируемых гранул, включающая эффективное количество соли водорастворимого или гигроскопичного пестицида, смачиватель, сульфированный диспергирующий агент, носитель, отличающаяся тем, что в качестве носителя содержит синтетический силикат кальция, адсорбирующий активный компонент в эффективном количестве, и дополнительно содержит деламинарованный каолин в качестве наполнителя - связующего.

2. Препаративная форма пестицида по п. 1, отличающаяся тем, что в качестве сульфированного диспергирующего агента содержит лигносульфовую кислоту или натриевую соль конденсата нафталинсульфоновой кислоты и формальдегида.

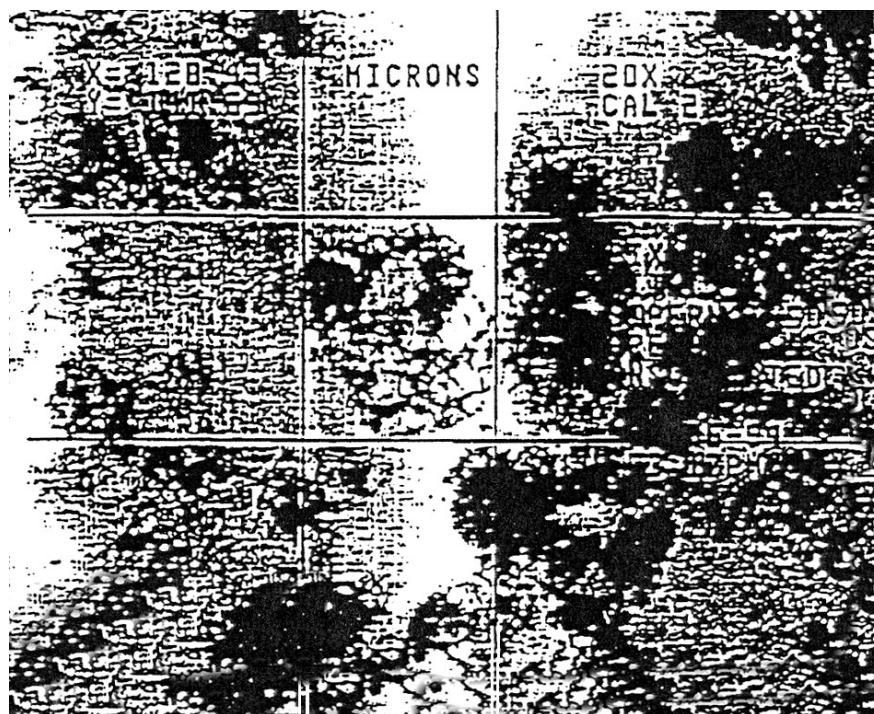
3. Препаративная форма по пп. 1, 2, отличающаяся тем, что в качестве сульфированного диспергирующего агента содержит смесь поливинилпирролидона с лигносульфоновой кислотой или натриевой солью конденсата нафталинсульфокислоты и формальдегида.

4. Препаративная форма по пп. 1 - 3, отличающаяся тем, что в качестве пестицида содержит регулятор роста растений.

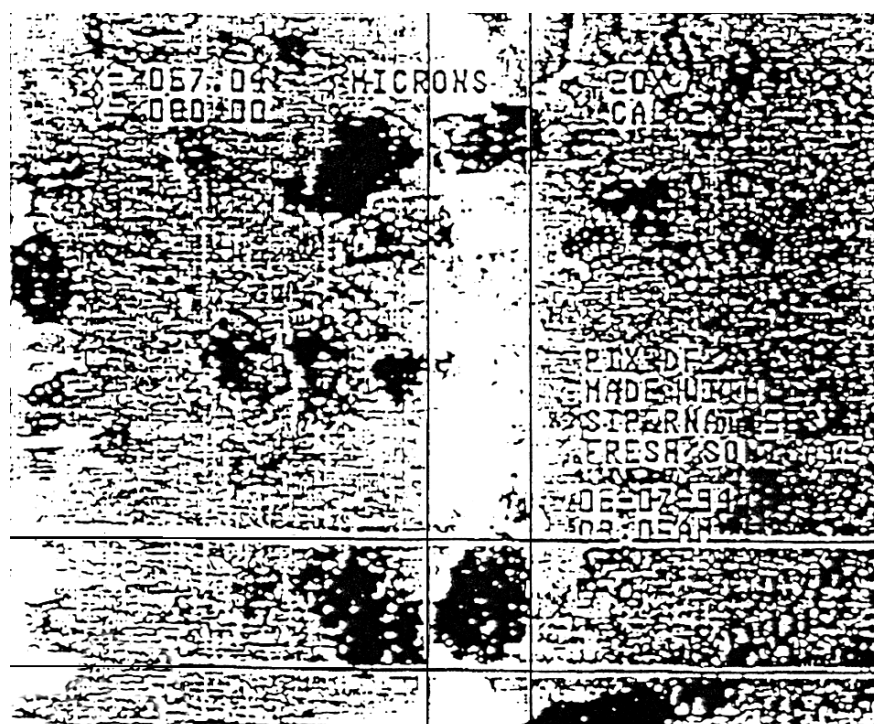
5. Препаративная форма по п. 4, отличающаяся тем, что в качестве регулятора роста растений содержит N, N - диметилпиперидинийхлорид.

6. Препаративная форма по пп. 1 -3, отличающаяся тем, что в качестве пестицида содержит гербицид.

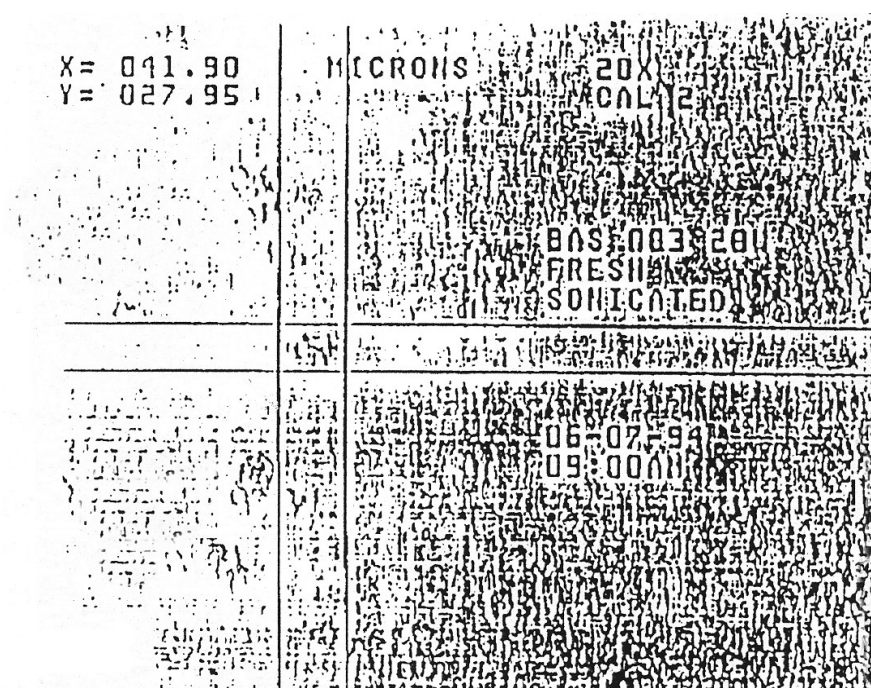
7. Способ получения препаративной формы пестицида по п. 1, отличающийся тем, что соль водорастворимого или гигроскопичного пестицида в количестве, обладающем пестицидной активностью, наносят в виде водного раствора на твердую смесь, содержащую носитель - синтетический силикат кальция, наполнитель - связующее вещество.



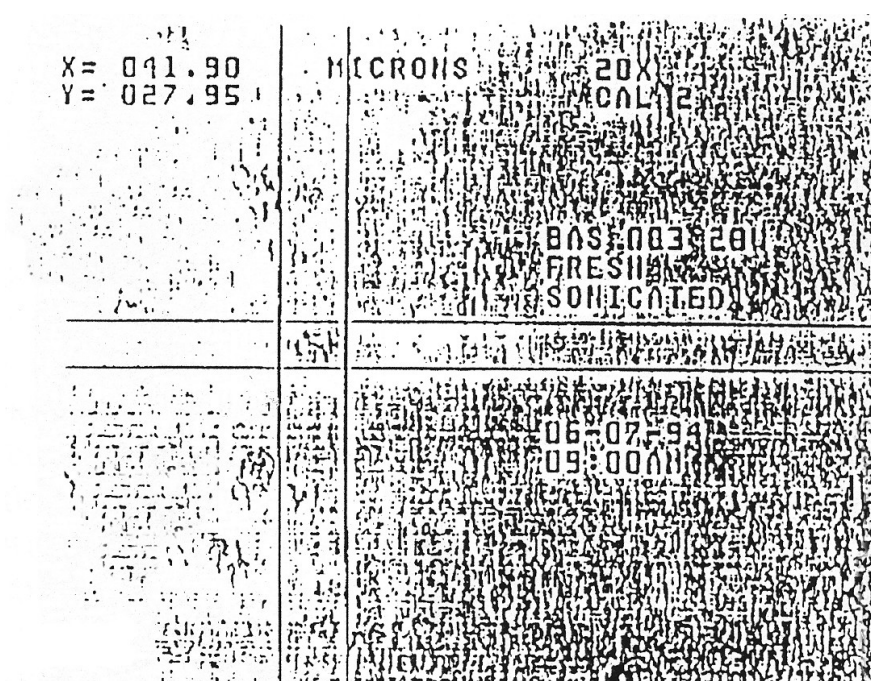
Фиг. 1А



ФИГ. 1В



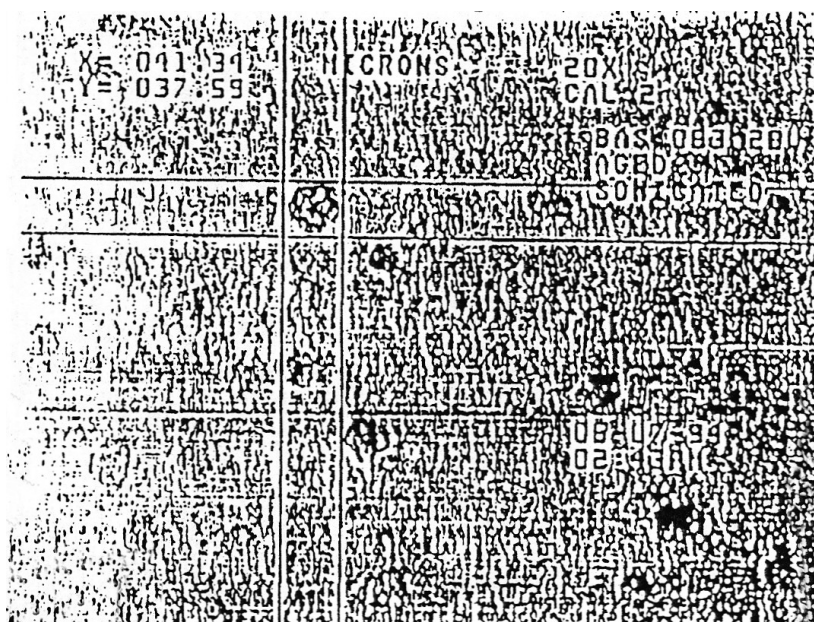
Фиг. 2А



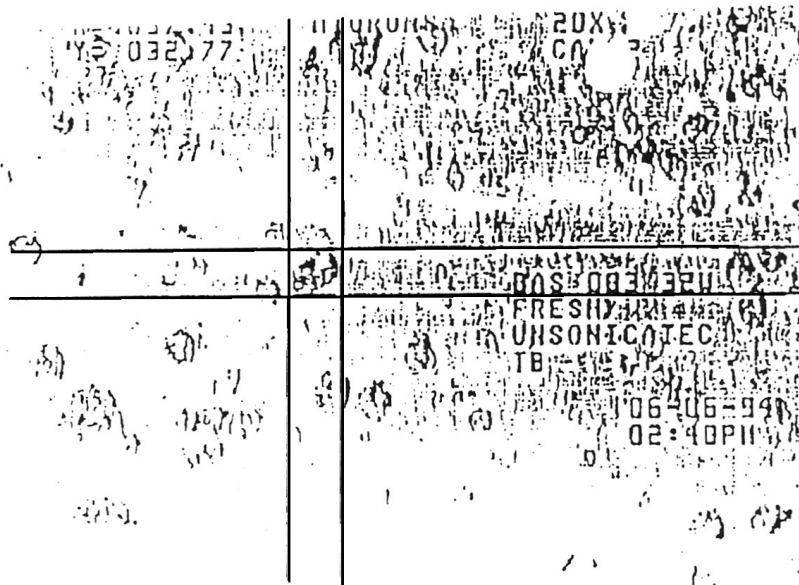
Фиг. 2В



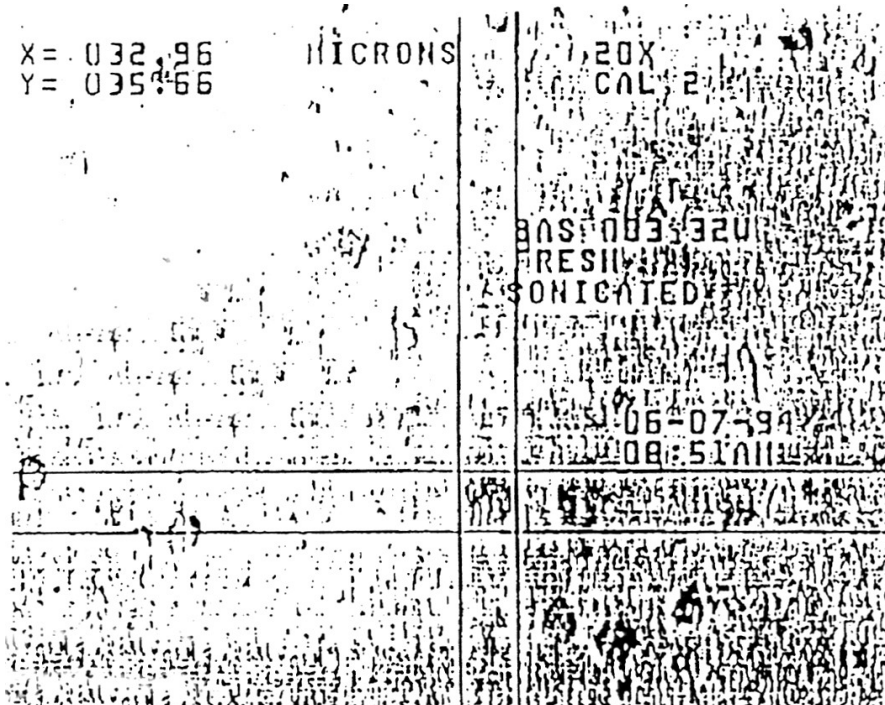
Фиг. 2С



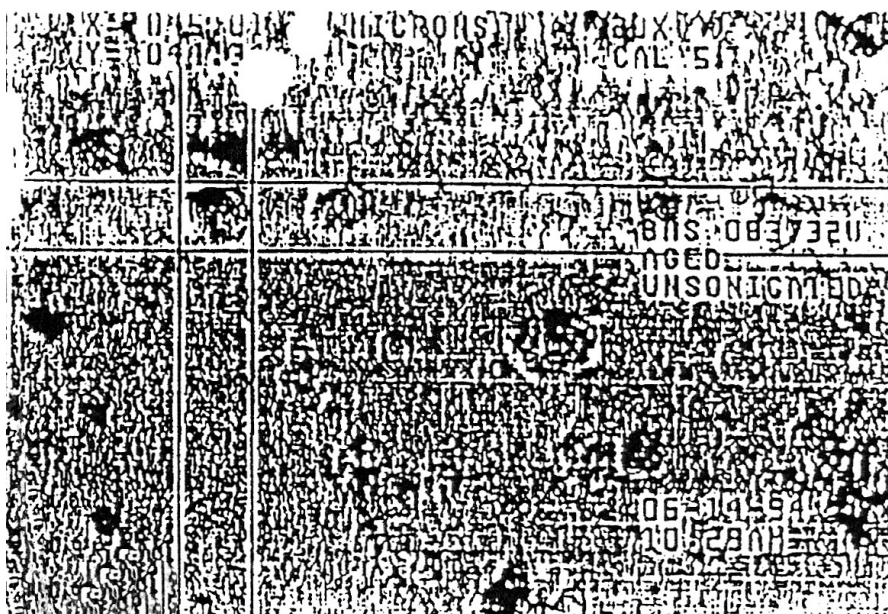
Фиг. 2D



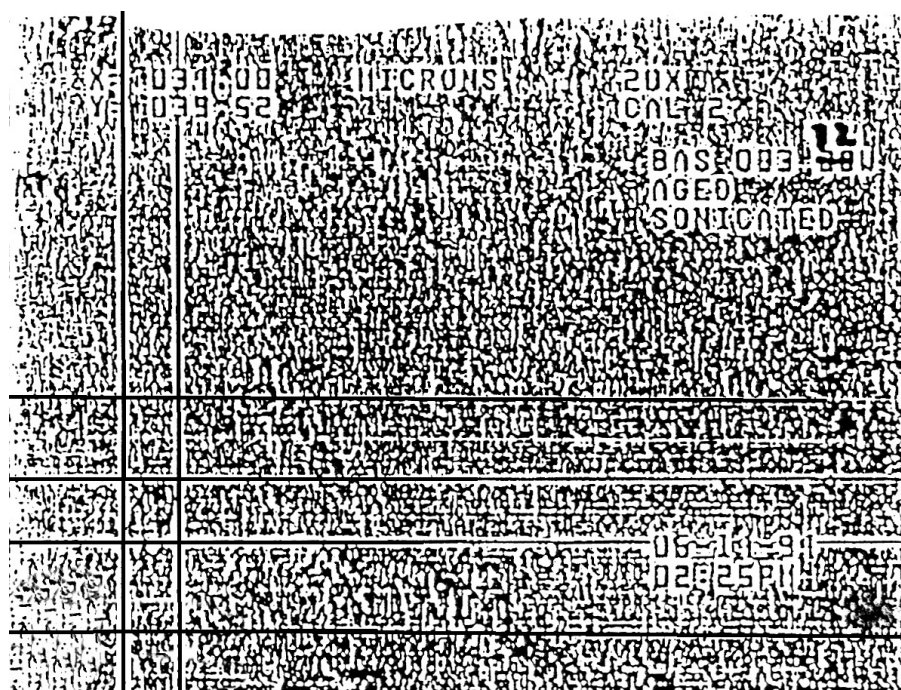
Фиг. 3А



Фиг. 3В



Фиг. 3С



Фиг. 3D

Составитель описания	Солобаева Э.А.
Ответственный за выпуск	Арипов С.К.

Кыргызпатент, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел. (312) 68 08 19, 68 16 41, факс (312) 68 17 03