



(51) МПК
A01N 33/18 (2006.01)
A01N 25/28 (2006.01)
A01P 13/00 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2012137132/13, 31.01.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 31.01.2011

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
 03.02.2010 IN 284/MUM/2010

(43) Дата публикации заявки: 10.03.2014 Бюл. № 7

(45) Опубликовано: 27.09.2014 Бюл. № 27

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: WO 2004/008852 A1 29.01.2004. WO
 2004/089088 A1 21.10.2004. US 5705174 A
 06.01.1998. RU 2200390 C2 20.03.2003. RU
 2089062 C1 10.09.1997

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
 национальной фазе: 03.09.2012

(86) Заявка РСТ:
 IB 2011/000144 (31.01.2011)

(87) Публикация заявки РСТ:
 WO 2011/095859 (11.08.2011)

Адрес для переписки:

123242, Москва, Кудринская площадь, 1,
 а/я 35, "Михайлюк, Сороколат и партнеры-
 патентные поверенные"

(72) Автор(ы):

**ШРОФФ Яидев Раджникант (IN),
 ШРОФФ Викрам Раджникант (IN),
 ДЖАДХАВ Пракаш Махадев (IN),
 БЕКЕР Кристиан (IN)**

(73) Патентообладатель(и):

ЮНАЙТЕД ФОСФОРУС ЛИМИТЕД (IN)

**(54) УЛУЧШЕННЫЙ СОСТАВ КАПСУЛЬНОЙ СУСПЕНЗИИ ПЕНДИМЕТАЛИНА, СПОСОБ
 ПОЛУЧЕНИЯ УКАЗАННОГО СОСТАВА (ВАРИАНТЫ) И СПОСОБ КОНТРОЛЯ
 НЕЖЕЛАТЕЛЬНЫХ ВИДОВ РАСТЕНИЙ**

(57) Реферат:

Состав капсульной суспензии пендиметалина включает гербицидно эффективное количество микроинкапсулированного пендиметалина. Микрокапсулы, включающие указанное гербицидно эффективное количество пендиметалина, инкапсулированы в полимерную стенку капсулы. Указанная полимерная стенка образована *in situ* путем реакции межфазной полимеризации,

происходящей между органической жидкой фазой, диспергированной в водной жидкой фазе. Одна из указанных органической и водной жидких фаз характеризуется тем, что включает по меньшей мере одну соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла. Указанная органическая кислота выбрана из уксусной кислоты, пропионовой кислоты, лимонной кислоты, фумаровой кислоты, винной кислоты, щавелевой кислоты, янтарной кислоты,

валериановой кислоты, малоновой кислоты, глутаровой кислоты, адипиновой кислоты и фталевой кислоты. Указанная полимерная стенка образована путем реакции межфазной полимеризации, инициированной контактом первого образующего стенку компонента со вторым образующим стенку компонентом. Указанный первый образующий стенку компонент выбран из полиизоцианата, полихлорангидрида кислоты, полихлорформиата и полисульфонилхлорида, указанный второй образующий стенку компонент выбран из полиамина и полиола. Образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла. Указанную органическую кислоту выбирают из уксусной кислоты, пропионовой кислоты, лимонной кислоты, фумаровой кислоты, винной кислоты, щавелевой кислоты, янтарной кислоты, валериановой кислоты, малоновой кислоты, глутаровой кислоты, адипиновой кислоты и

фталевой кислоты. Образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно определенного количества полиизоцианатного образующего стенку компонента. Диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе для получения эмульсии с образованием поверхности раздела между дискретными каплями органической фазы и водной фазой. Эмульгируют в течение достаточного периода времени для завершения реакции самополимеризации полиизоцианата так, чтобы указанные капли жидкости в органической фазе превратились в капсулы, включающие оболочки из полимочевины, заключающие активный ингредиент пендиметалина. Состав используют для контроля нежелательных видов растений. Изобретение позволяет получить состав с отсутствием окрашивания и с пониженной фитотоксичностью. 4 н. и 18 з.п. ф-лы, 3 пр., 5 табл., 7 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
A01N 33/18 (2006.01)
A01N 25/28 (2006.01)
A01P 13/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2012137132/13, 31.01.2011**

(24) Effective date for property rights:
31.01.2011

Priority:

(30) Convention priority:
03.02.2010 IN 284/MUM/2010

(43) Application published: **10.03.2014 Bull. 7**

(45) Date of publication: **27.09.2014 Bull. 27**

(85) Commencement of national phase: **03.09.2012**

(86) PCT application:
IB 2011/000144 (31.01.2011)

(87) PCT publication:
WO 2011/095859 (11.08.2011)

Mail address:

**123242, Moskva, Kudrinskaja ploshchad', 1, a/ja
35, "Mikhajljuk, Sorokolat i partnery-patentnye
poverennye"**

(72) Inventor(s):

**SHROFF Jaidev Rajnikant (IN),
SHROFF Vikram Rajnikant (IN),
JADHAV Prakash Mahadev (IN),
BECKER Christian (IN)**

(73) Proprietor(s):

UNITED PHOSPHORUS LIMITED (IN)

(54) IMPROVED COMPOSITION OF PENDIMETHALIN CAPSULE SUSPENSION, METHOD OF OBTAINING SAID COMPOSITION (VERSIONS) AND METHOD OF CONTROLLING UNDESIRABLE SPECIES OF PLANTS

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: composition of pendimethalin capsule suspension includes herbicidally efficient quantity of microencapsulated pendimethalin. Microcapsules, including said herbicidally efficient quantity of pendimethalin, are encapsulated I, capsule polymer wall. Said polymer wall is formed in situ by reaction of inter-phase polymerisation, taking place between organic liquid phase dispersed in water liquid phase. One of said organic and water liquid phases is characterised by the fact that it includes at least one salt of organic acid and alkali or alkali earth metal. Said organic acid is selected from acetic acid, propionic acid, citric acid, fumaric acid, tartaric acid, oxalic acid, succinic acid, valeric acid, malonic acid, glutaric acid, adipic acid and phthalic acid. Said polymer wall is

formed by reaction of inter-phase polymerisation, initiated by contact of first wall-forming component with second wall-forming component. Said first wall-forming component is selected from polyisocyanate, acid polychloroanhydride, polychloroformiate and polysulfonyl chloride, said second wall-forming component is selected from polyamine and polyol. Water solution, including at least one surface-active substance and preliminarily determined quantity of at least one salt of organic acid and alkali or alkali earth metal, is formed. Said organic acid is selected from acetic acid, propionic acid, citric acid, fumaric acid, tartaric acid, oxalic acid succinic acid, valeric acid, malonic acid, glutaric acid, adipic acid and phthalic acid. Organic phase is formed by melting herbicidally efficient quantity of active ingredient pendimethalin and addition of preliminarily determined quantity of polyisocyanate

wall-forming component. Said organic phase is dispersed in said water solution to obtain emulsion with formation of separation surface between discrete drops of organic phase and water phase. Emulsification is carried out for sufficient period of time to complete reaction of polyisocyanate self-polymerisation in such a way that said drops of liquid in organic phase convert into capsules, which

include envelopes of polyurea, enclosing active pendimethalin ingredient. Composition is applied for controlling undesirable species of plants.

EFFECT: invention makes it possible to obtain composition with absence of colouration and reduced phytotoxicity.

22 cl, 3 ex, 5 tbl, 7 dwg

R U 2 5 2 2 9 7 2 9 6 2 7 2 9 C 2

R U 2 5 2 2 9 7 2 9 C 2

Область изобретения

Настоящее изобретение относится к составу капсульной суспензии, содержащему пендиметалин. Более конкретно, настоящее изобретение относится к стабильному при хранении улучшенному неокрашивающему составу капсульной суспензии, включающему пендиметалин.

Предпосылки и уровень техники настоящего изобретения

Пендиметалин представляет собой динитроанилиновый гербицид с химической формулой [n-(1-этилпропил)-3,4-диметил-2,6-динитробензоламин]. Впервые он был зарегистрирован для применения в Соединенных Штатах в 1974 году. Он представляет собой селективный гербицид, который контролирует определенные виды широколиственных сорняков и травянистых сорняков на сельскохозяйственных площадях и несельскохозяйственных площадях. Он применяется для предпосевной, предвсходовой и послевсходовой обработки почвы с помощью наземной и воздушной техники.

Пендиметалин представляет собой оранжево-желтое кристаллическое вещество с температурой плавления 54-58°C. Он растворим в хлорированных углеводородах и ароматических растворителях, таких как метилхлорид, ацетон и ксилол.

Пендиметалин стабилен в кислой и щелочной средах.

Пендиметалин в настоящее время доступен в различных типах агрохимических составов, таких как эмульгируемый концентрат (21,9%-42,3%), жидкий (34,4%), гранулированный (0,7%-2,0%), растворимый концентрат/жидкость (22,0%), диспергируемые в воде гранулы, сухой текучий (до 60,0%), капсульные суспензии и смачиваемые порошки (50,0%). Таким образом, существует множество вариантов составов, доступных разработчику для приготовления желаемого состава пендиметалина.

Различные составы, применяемые в агрохимии, отличаются по своей эффективности в отношении желаемых сорняков, по эффектам переносимости у газонной травы и декоративных растений к гербициду, отличаются по своим ценовым преимуществам, отличаются по потенциалу сноса гербицида, а также отличаются по простоте внесения и совместимости с оборудованием для внесения. Еще одной проблемой для специалиста в области разработки составов является выбор подходящего поверхностно-активного вещества. Поверхностно-активные вещества, как известно, увеличивают скорость поглощения гербицида в растения видов-сорняков, но также увеличивают потенциал повреждения в отношении желаемых растений при сносе гербицида. Еще одной задачей, стоящей перед специалистом в области разработки состава, приступая к получению состава, содержащего пендиметалин, является выбор или гранулированных, или распыляемых составов.

Пендиметалин традиционно доступен и в гранулированной, и в распыляемой формах, которые могут отличаться по степени контроля сорняков. Однако часто преимущественным является получение распыляемых составов, содержащих определенные гербициды, вследствие преимуществ распыляемых составов.

Гранулированные составы имеют относительно низкое поглощение листьями, поскольку большинство применяемых гранул проваливаются сквозь листовую покров на землю. В противоположность этому, распыляемые продукты достигают хорошего покрытия и лучше задерживаются на листе, обеспечивая относительно хороший контроль сорняков. Также отмечено, что гранулированный продукт включает в себя относительно большее количество инертных ингредиентов в сравнении с распыляемым составом. Таким образом, количество составленного продукта, которое

нужно, чтобы доставить ту же дозировку активного ингредиента, гораздо больше с гранулами, что приводит в результате к более высоким расходам на доставку и упаковку.

5 Преимуществом распыляемого состава перед гранулами является более равномерное внесение, достигаемое у распыляемых составов. Гранулированные составы, как правило, трудно внести равномерно, особенно те, которые содержат сравнительно высокую концентрацию активного ингредиента. Следовательно, чаще преимущественным является составление распыляемых составов некоторых агрохимикатов.

10 Однако сообщали о фитотоксичности некоторых распыляемых составов, содержащих пендиметалин. Желательно обеспечить составы, содержащие пендиметалин, которые не проявляют или снижают степень фитотоксичности.

15 Еще одной проблемой, которая относится к динитроанилиновым гербицидам, в частности к пендиметалину, является возможность окрашивания пешеходных дорожек и других мест, где применяется гербицид. Гербициды с активным ингредиентом динитроанилинового класса имеют желтоватый или желтовато-оранжевый цвет. Более того, известно, что гранулированные составы зачастую окрашивают плохо, в то время как жидкий состав может вызвать более серьезное окрашивание. Кроме того, гранулы легко подмести или сдуть с бетонных поверхностей там, где избыток распыленного раствора нужно смыть до его высыхания. Следовательно, желательно обеспечить распыляемые составы, содержащие пендиметалин, которые значительно снижают распространение окрашивания.

25 Из предпосылок изобретения, которые описаны в патенте США № 4871392, известно, что пендиметалин существует в полиморфных формах в виде оранжевых и желтых кристаллов. В этом патенте дополнительно обсуждается, что пендиметалин представляет собой пестицид, который сложно составлять отчасти вследствие специфических проблем окрашивания, связанных с пендиметалином. В этом патенте дополнительно обсуждается, что присутствие пендиметалина в оранжевой макрокристаллической форме приводит к образованию больших удлиненных кристаллов в конечном составе. Более того, когда пендиметалин в оранжевой макрокристаллической форме обнаруживается в композициях, очень большие удлиненные кристаллы (приблизительно 3000 микрон в длину) появляются в конечном продукте, приводя в результате к нестабильности, сложностям в обработке и ненадежности применения наряду с сильным окрашиванием, что усугубляется серьезным засорением форсунок.

40 Патент США № 5705174 раскрывает микроинкапсулированные составы пендиметалина, т.е. композицию водного концентрата частиц пендиметалина, которые инкапсулированы материалом полимерной стенки, которые проявляют пониженную склонность к образованию крупных кристаллов. Эти композиции также имеют улучшенную стабильность при хранении. К сожалению, заметили, что микроинкапсуляция пендиметалина имеет тенденцию замедлять высвобождение активного ингредиента.

50 Патент США № '174 описывает состав водной капсульной суспензии пендиметалина, которая содержит приблизительно 456 грамм активного ингредиента на литр. Инкапсуляция пендиметалина делает возможным исключение органических растворителей в продуктах. Исключение органических растворителей уменьшает запах, в некоторой степени окрашивание, летучесть и адгезию остатка на поверхности по сравнению с существующими составами эмульгируемого концентрата

пендиметалина. Кроме того, микроинкапсулированный состав пендиметалина стабилен в условиях заморозки и оттаивания и совместим с жидким и сухим удобрением. Однако существующие проблемы окрашивания, фитотоксичности и коррозионной активности не разрешены надлежащим образом в патенте США № 5705174.

Более того, этот патент, по сути, описывает микроинкапсулированный состав пендиметалина как содержащий неорганическую соль, которую добавляют перед образованием микрокапсулы. Раскрыто, что добавление неорганических солей или их смесей перед образованием микрокапсулы обеспечивает заметно более чистую микрокапсулу, так как инкапсулировано большее количество окрашивающего активного ингредиента, который вследствие этого не может окрашивать наружные поверхности микрокапсул. Эти микрокапсулы, как утверждается, также менее склонны к разрушению, нежели микрокапсулы, полученные традиционными способами. Примеры неорганических солей, указанные в этом патенте, представляют собой хлорид натрия, хлорид кальция, хлорид калия, нитрат натрия, сульфат магния и/или сульфат натрия.

Тем не менее, эти неорганические соли не лишены дополнительных недостатков. Применение неорганической соли, такой как хлорид натрия, даже в пределах 0,1-0,5%, как было показано, усиливает уже существующую фитотоксичность пендиметалина. Ионы натрия и хлора синергично вносят вклад в токсичность соли у пшеницы, *Biologia Plantarum*, 37 (2); 265 - 271, 1995, Martin et al., где изучали эффекты от поступления избытка минеральных солей, включающих натрий в качестве катиона и ряда противоионов, включая хлорид, на рост и фотосинтетическую способность восприимчивой к соли мягкой пшеницы. Было установлено, что синергичный эффект натрия и других щелочных и щелочноземельных металлов с хлором показывает, что ни один из этих ионов сам по себе не ответственен за повреждение растений, вызванное солевым стрессом.

Кроме того, эти неорганические соли диссоциируют и/или растворяются в воде и увеличивают жесткость воды. Увеличенная жесткость воды дополнительно снижает температурную стабильность и стабильность в суспензии микроинкапсулированного пендиметалина. Кроме того, стенка полимерной капсулы раскрытого микроинкапсулированного пендиметалина по-прежнему в значительной степени подвержена разрыву. Таким образом, проблема окрашивания продолжает приносить вред в существующем уровне техники.

В уровне техники сохраняется потребность в микроинкапсулированных составах пендиметалина, имеющих улучшенное свойство отсутствия окрашивания с уменьшенными проблемами фитотоксичности. Настоящее изобретение соответственно удовлетворяет эти и другие потребности, существующие в уровне техники.

Преимущества настоящего изобретения

Таким образом, преимущество настоящего изобретения заключается в составе капсульной суспензии пендиметалина, который не проявляет фитотоксичности в отношении желаемых растений.

Другим преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который, по сути, не окрашивает.

Еще одним преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который показывает пониженную склонность к образованию крупных кристаллов.

Другим преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который стабилен при хранении.

Еще одним преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который является стабильным в условиях замерзания и оттаивания.

Другим преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который не подвержен разрыву полимерной стенки капсулы.

Еще одним преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который не увеличивает жесткость воды.

Еще одним преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который не корродирует контейнер значительно.

Другим преимуществом настоящего изобретения является состав капсульной суспензии пендиметалина, который избегает потребности в неорганических солях или их смесях.

Остальная часть описания и формула изобретения предлагает по меньшей мере одно из этих и других преимуществ.

Краткое описание изобретения

Таким образом, в одном аспекте настоящее изобретение обеспечивает состав капсульной суспензии пендиметалина, включающий гербицидно эффективное количество микроинкапсулированного пендиметалина, причем микрокапсулы, включающие указанное гербицидно эффективное количество пендиметалина, инкапсулированы в полимерную стенку; указанная полимерная стенка образована *in situ* путем реакции межфазной полимеризации, проходящей между первой фазой, диспергированной во второй фазе; причем по меньшей мере одна из указанных первой и второй фаз характеризуется тем, что включает предварительно определенное количество по меньшей мере одной соли щелочного или щелочноземельного металла и органической кислоты.

В другом аспекте настоящее изобретение обеспечивает способ получения состава капсульной суспензии, причем указанный способ включает этапы, на которых:

образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла;

образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно определенного количества полиизоцианатного образующего стенку компонента;

диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе для получения эмульсии с образованием поверхности раздела между дискретными каплями органической фазы и водной фазой; и

поддерживают указанную эмульсию в течение достаточного периода времени, чтобы позволить фактическое завершение реакции самополимеризации полиизоцианата так, чтобы указанные капли жидкости в органической фазе превратились в капсулы, включающие оболочки из полимочевины, заключающие активный ингредиент пендиметалина.

В другом аспекте настоящее изобретение обеспечивает способ получения состава капсульной суспензии, причем указанный способ включает этапы, на которых:

образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере

одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла; образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно

5 определенного количества первого компонента стенки к указанной органической фазе; диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе с получением эмульсии; и

добавляют второй образующий стенку компонент к указанной эмульсии так, чтобы указанный второй образующий стенку компонент реагировал с указанным первым

10 образующим стенку компонентом, включенным в указанную эмульсию, с образованием полимерной стенки, инкапсулирующей по меньшей мере указанное гербицидно эффективное количество активного ингредиента пендиметалина.

Описание изобретения

15 Было неожиданно обнаружено, что присутствие соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла в микроинкапсулированном составе пендиметалина обеспечивает, по сути, неокрашивающий состав. Выражение "по сути, неокрашивающий» в настоящем документе обозначает, что такие составы, включающие соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного

20 металла, демонстрируют удивительно уменьшенное свойство окрашивания в по меньшей мере от двух до приблизительно пяти раз по сравнению с традиционными составами, включающими неорганическую соль.

Дополнительно было установлено, что микроинкапсулированные составы согласно

25 настоящему изобретению, включающие соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла, также уменьшают или устраняют фитотоксичность, которая наблюдается с традиционными составами, включающими неорганическую соль. Кроме того, добавление соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла не увеличивает жесткость воды, что наблюдалось с

30 традиционными составами, тем самым повышая стабильность суспензии полученных в результате составов. Удивительно, что применение органической соли щелочного и щелочноземельного металла приводило к резкому улучшению стабильности суспензии составов согласно настоящему изобретению. Авторы настоящего изобретения также

35 обнаружили, что присутствие неорганической соли приводило к коррозии контейнеров, тогда как органическая соль не вызывала коррозию контейнера, в который она была помещена. Составы согласно настоящему изобретению, как оказалось, были стабильными при хранении. Не вдаваясь в теорию, полагают, что присутствие соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного

40 металла дополнительно препятствует раннему разрыву полимерной стенки капсулы.

Соответственно, в одном аспекте настоящее изобретение обеспечивает капсульную суспензию пендиметалина, включающую гербицидно эффективное количество микроинкапсулированного пендиметалина; причем указанные микрокапсулы, включающие указанное гербицидно эффективное количество пендиметалина,

45 инкапсулированы в полимерную стенку; указанная полимерная стенка образована *in situ* путем реакции межфазной полимеризации, происходящей между органической фазой, диспергированной в водной фазе, причем указанная водная фаза характеризуется тем, что включает предварительно определенное количество по

50 меньшей мере одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла.

Следует понимать, однако, что указанные водная и органическая фазы особым образом не ограничены. Реакции межфазной полимеризации, подходящие для

инкапсулированных составов согласно настоящему изобретению, могут быть получены путем реакции между образующими стенку компонентами, присутствующими в двух, по сути, несмешивающихся жидкостях, из которых указанные органическая и водная фаза составляют предпочтительный вариант осуществления. Более того, два образующих стенку компонента могут быть или одинаковыми, или отличными.

В другом аспекте настоящее изобретение обеспечивает способ получения состава капсульной суспензии, причем указанный способ включает этапы, на которых:

образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла;

образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно определенного количества первого компонента стенки к указанной органической фазе; диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе с получением эмульсии; и

добавляют второй образующий стенку компонент к указанной эмульсии так, чтобы указанный второй образующий стенку компонент реагировал с указанным первым образующим стенку компонентом, включенным в указанную эмульсию, с образованием полимерной стенки, инкапсулирующей по меньшей мере указанное гербицидно эффективное количество активного ингредиента пендиметалина.

Полимерная стенка капсулы согласно настоящему изобретению может представлять собой любой известный материал стенки оболочки и предпочтительно выбрана из стенки оболочки из полимочевины, полиуретана, полиамида, поликарбоната, полисульфонамида или их сшитых или несшитых комбинаций. Предпочтительно, полимерная стенка капсулы представляет собой стенку из полимочевины.

Полимерная стенка капсулы согласно настоящему изобретению образована путем межфазной полимеризации посредством контакта указанного первого образующего стенку компонента со вторым образующим стенку компонентом, как это традиционно известно в данной области техники.

Первый образующий стенку компонент предпочтительно выбран из полиизоцианата, полихлорангидрида кислоты, полихлороформиата и полисульфонилхлорида. Второй образующий стенку компонент предпочтительно выбран из полиамина и полиола. Предпочтительно, полиизоцианат реагирует с полиамином с образованием стенки капсулы из полимочевины согласно настоящему изобретению.

Предпочтительные полиизоцианаты в качестве первого образующего стенку компонента могут быть выбраны из тетраметилendiизоцианата, пентаметилendiизоцианата, гексаметилendiизоцианата, толуолдиизоцианата, дифенилметилен-4,4'-диизоцианата, полиметиленполифениленизоцианата, 2,4,4'-дифенилового эфира триизоцианата, 3,3'-диметил-4,4'-дифенилдиизоцианата, 3,3'-диметокси-4,4'-дифенилдиизоцианата, 1,5-нафтилендиизоцианата и 4,4'4"-трифенилметантриизоцианата. Предпочтительный полиизоцианат первого образующего стенку компонента представляет собой полиметиленполифениленизоцианат.

Предпочтительные полиамины в качестве второго образующего стенку компонента могут быть выбраны из этилендиамины, пропилен-1,3-диамина,

тетраметилендиамина, пентаметилендиамина, 1,6-гексаметилендиамина, диэтилентриамина, триэтилететрамина, тетраэтиленпентамина, пентаэтиленгексамина, 4,9-диоксидодекан-1,12-диамина, 1,3-фенилендиамина, 2,4- и 2,6-толуолдиамина и 4,4'-диаминодифенилметана или их кислотнo-аддитивных солей.

Предпочтительный полиамин согласно настоящему изобретению представляет собой диэтилентриамин.

Первый образующий стенку компонент включает от приблизительно 0,1% до приблизительно 20% по весу органической фазы согласно настоящему изобретению.

Второй образующий стенку компонент предпочтительно присутствует в количестве от приблизительно 0,3% до 7,5% по весу относительно общего веса состава.

В другом предпочтительном варианте осуществления предпочтительная полимерная стенка оболочки из полимочевины может быть образована путем реакции самоконденсации полиизоцианатного образующего стенку компонента. В этом варианте осуществления способ получения капсульной суспензии согласно настоящему изобретению включает в себя получение физической дисперсии органической фазы в водной фазе. В этом варианте осуществления органическая фаза состоит из органического промежуточного соединения изоцианата, такого как описанные выше, наряду с активным ингредиентом пендиметалина.

Таким образом, в другом аспекте настоящее изобретение обеспечивает способ получения состава капсульной суспензии, причем указанный способ включает этапы, на которых:

образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла;

образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно определенного количества полиизоцианатного образующего стенку компонента; диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе для получения эмульсии с образованием поверхности раздела между дискретными каплями органической фазы и водной фазой; и

поддерживают указанную эмульсию в течение достаточного периода времени, чтобы позволить фактическое завершение реакции самополимеризации полиизоцианата так, чтобы указанные капли жидкости в органической фазе превратились в капсулы, включающие оболочки из полимочевины, заключающие активный ингредиент пендиметалина.

В варианте осуществления эмульсию указанной органической фазы в указанном водном растворе можно предпочтительно нагревать до температуры от 20°C до приблизительно 100°C, предпочтительно до приблизительно 35-85°C для ускорения самоконденсации полиизоцианатного форполимера.

Однако независимо от того, является ли предпочтительной самоконденсация первого образующего стенку компонента или конденсация между первым и вторым образующим стенку компонентом, относительные количества органической и водной фаз не являются решающими для способа согласно настоящему изобретению. Как правило, органическая фаза может составлять до 75% по объему от общего количества эмульсии и включает дискретные капли органического раствора, диспергированные в водном растворе.

Размер капли в эмульсии не считается решающим для состава и способа согласно настоящему изобретению, но может находиться в диапазоне от 0,5 микрон до

приблизительно 4000 микрон, который может быть дополнительно адаптирован с помощью устройства с высоким усилием сдвига до предпочтительно от приблизительно 1 микрона до приблизительно 100 микрон. Дополнительно было установлено, что реакция полимеризации *in situ* на основе самоконденсации является самопрекращающейся и, как правило, может продолжаться до завершения. Реакция обычно продолжается до завершения за промежуток времени от нескольких минут до нескольких часов. В предпочтительном варианте осуществления реакции, как правило, позволяют длиться в течение приблизительно 2-3 часов.

Однако предпочтительная полимерная оболочка из полимочевины может быть образована путем реакции самоконденсации предпочтительного полиизоцианата с помощью других предпочтительных способов. В одном из таких предпочтительных вариантов осуществления образование оболочки из капсулы из полимочевины вокруг диспергированных органических капель может быть осуществлено путем (а) диспергирования капель органической фазы в непрерывной водной фазе для образования эмульсии с последующим нагреванием эмульсии, полученной в результате этого, или (б) нагревания непрерывной водной фазы и диспергирования капель органической фазы в нагретой непрерывной водной фазе с образованием эмульсии, тем самым осуществляя необходимую реакцию самоконденсации на границе раздела между органическими каплями и водной фазой.

Соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла, которая используется в настоящем документе, предпочтительно выбрана из соли щелочного или щелочноземельного металла и слабой органической кислоты, выбранной из уксусной кислоты, пропионовой кислоты, лимонной кислоты, фумаровой кислоты, винной кислоты, щавелевой кислоты, янтарной кислоты, валериановой кислоты, малоновой кислоты, глутаровой кислоты, адипиновой кислоты и фталевой кислоты.

Предпочтительный щелочной металл выбран из натрия и калия. В более предпочтительном варианте осуществления предпочтительный щелочной металл представляет собой натрий.

В другом предпочтительном варианте осуществления соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла выбрана из ацетата натрия или сукцината динатрия.

Водный раствор включает по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество. Предпочтительно, поверхностно-активное вещество может быть выбрано из группы, включающей соли этоксилированной лигносульфоновой кислоты, соли лигносульфоновой кислоты, окисленные лигнины, соли лигнина, соли сополимеров стирола и малеинового ангидрида, поливиниловый спирт, соли неполных сложных эфиров сополимеров стирола и малеинового ангидрида, неполные соли полиакриловой кислоты и неполные соли терполимеров полиакриловой кислоты.

Предпочтительно, поверхностно-активное вещество представляет собой лигносульфонат кальция или натрия.

Предпочтительно, поверхностно-активное вещество присутствует в количестве от приблизительно 0,2% до приблизительно 5% по весу состава.

Водный раствор согласно настоящему изобретению включает соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла или их смеси в количестве от приблизительно 2% до приблизительно 55% по весу состава.

Выражение «гербицидно эффективное количество» пендиметалина является таким количеством пендиметалина, которое при внесении в таком количестве обеспечит необходимый результат контроля сорняков. Конкретное количество зависит от

многих факторов, включая, например, культуру, сорняки, которые нужно контролировать, и условия окружающей среды. Выбор надлежащего количества активного средства, которое нужно внести, однако, находится в компетенции специалиста в данной области и не рассматривается как ограничивающий особым образом.

Микроинкапсулированные составы микрокапсул настоящего изобретения включают от приблизительно 5% до приблизительно 60% активного ингредиента пендиметалина.

В предпочтительном варианте осуществления полимерная стенка оболочки согласно настоящему изобретению составляет от приблизительно 1% по весу до приблизительно 20% по весу состава. В другом предпочтительном варианте осуществления полимерная стенка оболочки составляет приблизительно 2,5% от общего веса состава.

Микрокапсулы согласно настоящему изобретению предпочтительно имеют размер частиц от приблизительно 2 микрон до 50 микрон.

Предпочтительно, составы капсульной суспензии согласно настоящему изобретению включают пеногаситель в количестве от приблизительно 0,01% до приблизительно 5% по весу состава. Такие подходящие пеногасители обычно известны в области техники и не являются особым образом ограничивающими.

Капсульная суспензия согласно настоящему изобретению может также включать реологический модификатор. Предпочтительный реологический модификатор включает ксантановую камедь и глину, которые могут присутствовать в количестве от приблизительно 0,01% до приблизительно 3% по весу состава.

Состав капсульной суспензии согласно настоящему изобретению может также быть нейтрализован минеральной кислотой для регулирования pH в пределах желаемого диапазона. Соответственно, составы согласно настоящему изобретению дополнительно включают от приблизительно 0,1% до приблизительно 10% нейтрализующей кислоты, которая может быть минеральной или органической кислотой. Предпочтительно, минеральная кислота представляет собой соляную кислоту.

Другим преимуществом добавления нейтрализующей кислоты является то, что добавленная кислота соединяется с непрореагировавшими аминами с образованием соли аммония, что значительно уменьшает количество дополнительной соли, необходимой для достижения заметного свойства уменьшенного окрашивания. Добавление нейтрализующей кислоты особенно выгодно при снижении уровня неорганической соли в составах известного уровня техники, которая, как известно, усугубляет проблему фитотоксичности для различных испытуемых растений. В этом варианте осуществления настоящего изобретения может использоваться существенно большее количество аминов в избытке для дополнительного сокращения добавления солей извне путем образования *in situ* большего количества соли при реакции с нейтрализующей кислотой.

В предпочтительном варианте осуществления составы согласно настоящему изобретению могут дополнительно включать биоцид в количестве от приблизительно 0,01% до приблизительно 3% по весу состава.

В другом аспекте настоящее изобретение также обеспечивает способ получения состава капсульной суспензии, причем указанный способ включает этапы, на которых: образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере

одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла; образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно определенного количества первого компонента стенки к указанной органической фазе; диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе с получением эмульсии; и

добавляют второй образующий стенку компонент к указанной эмульсии так, чтобы указанный второй образующий стенку компонент реагировал с указанным первым образующим стенку компонентом, включенным в указанную эмульсию, с образованием полимерной стенки, инкапсулирующей по меньшей мере указанное гербицидно эффективное количество активного ингредиента пендиметалина.

Предпочтительно, указанный этап образования водного раствора включает нагревание водопроводной воды до повышенной температуры, предпочтительно до приблизительно 60°C, и добавление указанного поверхностно-активного вещества и указанной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла. В предпочтительном варианте осуществления пеногаситель также добавляют к указанному водному раствору.

В другом предпочтительном варианте осуществления указанный первый образующий стенку компонент предпочтительно добавляют к указанному расплавленному пендиметалину при перемешивании.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления указанный этап диспергирования указанной органической фазы в указанном водном растворе с получением эмульсии осуществляют до желаемого размера частиц.

В другом предпочтительном варианте осуществления после добавления второго образующего стенку компонента к эмульсии реакции позволяют продолжаться в течение предварительно определенного времени, предпочтительно один час при перемешивании, в то время как реакционную смесь поддерживают при повышенной температуре.

Затем реакционную смесь нейтрализуют неорганической кислотой, предпочтительно соляной кислотой. Нейтрализацию осуществляют предпочтительно до достижения составом рН от приблизительно 6,5 до приблизительно 7,5.

Впоследствии предпочтительно добавляют ксантановую камедь при перемешивании.

В предпочтительном варианте осуществления добавляют биоцид для получения целевого состава.

В предпочтительном варианте осуществления способ согласно настоящему изобретению осуществляют при повышенной температуре для поддержания активного ингредиента пендиметалина в расплавленном состоянии и повышения скорости образования полимерной стенки. В этом варианте осуществления способ согласно настоящему изобретению предпочтительно осуществляют при температуре от приблизительно 35°C до приблизительно 85°C и более предпочтительно проводят при температуре от приблизительно 50°C до 65°C.

Скорость высвобождения составов согласно настоящему изобретению предпочтительно варьирует от приблизительно 100 нг до приблизительно 145 нг, в то время как свободный активный ингредиент составляет от приблизительно 0% до приблизительно 0,2% по весу состава.

Изобретение дополнительно относится к способу контроля сорняков на участке путем внесения на участок с сорняками гербицидно эффективного количества

микроинкапсулированного пендиметалина согласно настоящему изобретению или состава капсульной суспензии, получаемого с помощью способа согласно настоящему изобретению.

5 Предпочтительно, настоящее изобретение обеспечивает способ контроля
нежелательных видов растений, который включает внесение на листву растений или в
почву или в воду, содержащую семена или их другие органы размножения, гербицидно
эффективного количества микроинкапсулированного пендиметалина согласно
10 настоящему изобретению или состава капсульной суспензии, получаемого с помощью
способа согласно настоящему изобретению.

Еще одним удивительным преимуществом настоящего изобретения было
значительное снижение свойства вызывать коррозии. Составы согласно настоящему
изобретению не требуют хранения в контейнерах из материала, не являющегося
15 алюминием или металлом, или в контейнерах из материала, не являющегося
эпоксидной смолой, что было жестким ограничением для упаковки и
транспортировки составов, ранее присутствующих на рынке.

Преимущественно, микрокапсульные составы, полученные согласно настоящему
изобретению или получаемые с помощью способа согласно настоящему изобретению,
20 можно применять непосредственно в качестве гербицидных композиций или
разбавлять водой для применения.

Альтернативно, дополнительные ингредиенты, такие как средства, препятствующие
осаждению, регуляторы рН, антифризы и подобное, можно добавлять к
микрокапсульным композициям, полученным с помощью способа согласно
25 настоящему изобретению, с образованием концентрированных микрокапсульных
гербицидных композиций, не отступая от объема настоящего изобретения.

Настоящее изобретение теперь будет описано со ссылкой на следующие конкретные
примеры. Следует отметить, что пример(ы), прилагаемые ниже, иллюстрируют, а не
30 ограничивают настоящее изобретение, и специалист в данной области будет способен
разработать много альтернативных вариантов осуществления, не отходя от объема
настоящего изобретения.

Примеры 1, 2 и 3

35 Водный раствор был создан путем нагревания водопроводной воды до 60°C при
добавлении ацетата натрия, затем лигносульфоната натрия, а затем пеногасителя при
перемешивании. Достаточное количество воды хранили отдельно для приготовления
амин и камеди. Между тем, органическую фазу образовывали с помощью плавления
40 технического пендиметалина до 60°C, а затем добавления полиметилен-
полифенилизоцианата при перемешивании. Водную и органическую фазы
поддерживали при 60°C в течение реакции. Органическую фазу эмульгировали в
водном растворе до желаемого размера частиц. Диэтилентриамин (DETA) (амин)
добавляли к полученной в результате эмульсии. Реакции позволили длиться в
45 течение 1 часа при сохранении температуры 60°C при перемешивании. Реакционной
смеси позволили охладиться до температуры окружающей среды в течение 15 минут
до нейтрализации HCl. Состав нейтрализовали до рН 8,0 в условиях холода или при
рН 7 в более теплых условиях. Нейтрализованный состав фильтровали через сито с
размером ячейки 60 меш. Ксантановую камедь (водную взвесь) приготовили отдельно
50 и добавили к упомянутому выше составу при условиях сильного перемешивания в
течение по меньшей мере 15 минут для полного использования камеди. В конце
добавили биоцид. Размер частиц измеряли с помощью Horiba LA-910. Полученный в
результате состав сравнили по свойствам с обычным коммерческим составом.

В таблице 1 ниже представлена композиция состава, полученного с помощью способа, описанного выше.

Таблица 1

Фаза	Компонент	Для партии 47 г (Пример 1)	Для партии 100 г (Пример 2)	Для партии 2000 г (Пример 3)
Водная фаза	Вода	50,09	102,339	2046,771
	Лигносульфонат натрия	1,22	2,481	49,612
Масляная фаза	Технический пендиметалин	48,91	100,000	2000,000
	Полиметилен-полифенилизоцианат	1,04	2,047	40,932
Амины	DETA (x2)	0,53	1,035	20,701
Другое	НСI (34-37%)	1,24	2,530	50,605
	Ацетат натрия	18,22	37,209	744,186

Свойства состава, упомянутого выше, сравнивали с характеристиками обычного состава, который коммерчески доступен, и свели в таблицу 2 ниже.

Таблица 2

Параметры	Коммерчески доступный состав, раскрытый в US 5705174	Состав согласно настоящему изобретению
Активный ингредиент (%)	38,7	39,55
Свободный АИ (активный ингредиент) (%)	0,05	0,13
Вязкость (сПз)	300	400-700
Плотность (г/мл)	1,16	1,17
рН	7,5	7,5
Суспензированность (%)	87-91	81-87
Влажное сито, 60 меш (250 микрон), остаток	нет (следовые количества)	нет (следовые количества)
Окрашивание тканевой клейкой ленты (DE)	11,22	2,44
Окрашивание армированной клейкой ленты (DE)	3,19	1,49

Измерение окрашивания

Измерения окрашивания, как сообщалось выше, проводили с помощью колориметра Hunter LabScan XE. Каждый описанный тест повторяли пять раз, чтобы подтвердить окрашивающую или неокрашивающую природу исследуемых образцов на различных образцах и при различных условиях тестирования. Для того чтобы сделать вывод об улучшении свойств отсутствия окрашивания составов согласно настоящему изобретению, тесты на окрашивание проводили на армированной клейкой ленте и повторяли на тканевой клейкой ленте, чтобы повторно подтвердить результаты.

В ходе теста, описанного выше, колориметром измеряли цвет окрашивания, оставшегося на подложке, путем присвоения трех значений L^* , a^* и b^* окрашиванию, которые соответствуют измерению яркости/темноты, покраснения/позеленения и измерению желтизны/посинения соответственно. Различия между этими измерениями для каждого испытуемого образца, то есть теми, которые соответствовали настоящему изобретению и обычному образцу, и таковыми стандартного образца были рассчитаны как значения дельта (Δ), соответственно:

$\Delta a^* = a^*$ (образца) - a^* (стандарта), где $+\Delta a^*$ означает, что образец был более красный, чем стандарт, и $-\Delta a^*$ означает, что образец был более зеленым, чем стандарт;

$\Delta b^* = b^*$ (образца) - b^* (стандарта), где $+\Delta b^*$ означает, что образец был более желтым, чем стандарт, а $-\Delta b^*$ означает, что образец был более синим, чем стандарт;

$\Delta L^* = L^*$ (образца) - L^* (стандарта), где $+\Delta L^*$ означает, что образец был светлее стандарта, а $-\Delta L^*$ означает, что образец был темнее стандарта.

Общее цветовое значение или значение окрашивания ΔE рассчитывается по формуле:

$$\Delta E = \text{SQRT} [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]$$

Большее значение ΔE соответствовало большей степени окрашивания. Окрашенные образцы были приготовлены на тканевой клейкой ленте (Scotch Glass Cloth Electrical Tape) или армированной клейкой ленте (Tesa, BDF Beiersdorf White Duct Tape). Эти ленты были выбраны с целью исследования возможных различий способности к окрашиванию составов на различных поверхностях. Подложки состояли из квадратов 2 дюйма на 2 дюйма (5 см на 5 см), вырезанных из прозрачной бумаги с куском ленты по центру. Достаточное количество состава нанесли на ленты для создания круга диаметром $\frac{3}{4}$ дюйма (2 см). Составы оставляли на ленте на 15 минут, а затем полностью смывали водой, распыливаемой из бутылки. Испытание цвета/окрашивания затем проводили в течение 30 минут, когда образцы промывались. Холостые образцы лент без состава испытывали на оборудовании первыми, чтобы вычесть значения цвета, присущие лентам самим по себе. Окрашенные образцы приготовили в двух экземплярах и каждый образец измеряли дважды: один раз в горизонтальной ориентации и один раз в вертикальной ориентации, чтобы свести на нет влияние направленности волокон ленты. Это дало четыре результата для каждого окрашенного образца. Таким образом, измерение общего окрашивания для образца согласно настоящему изобретению и для обычного образца рассчитывали для тканевой клейкой ленты и армированной клейкой ленты с помощью приведенной выше формулы. Не вдаваясь в теорию, полагали, что пендиметалин, имея сильное свойство окрашивания, будет проявлять тенденцию к сильной абсорбции на поверхностях органических материалов, таких как сложный полиэфир, ткань, бумага и т.д. Следовательно, полагали, что сравнение типичных поверхностей, таких как пластырь для оказания первой помощи, тканевая клейкая лента, армированная клейкая лента, обеспечит приближенное отображение фактического окрашивания, с которым будет сталкиваться фермер, как с повседневным явлением.

Таким образом, было неожиданно обнаружено, что состав согласно настоящему изобретению предоставляет, по сути, неокрашивающий состав, чье свойство окрашивания было уменьшено в 5 раз или по меньшей мере в 2 раза в сравнении с известным прежде составом. Конкретно, было неожиданно обнаружено, что состав согласно настоящему изобретению проявлял цветовое различие (ΔE) окрашивания лишь 2,44 и 1,49 на тканевой клейкой ленте и армированной клейкой ленте, соответственно, тогда как ближайший коммерческий состав показывал результаты измерения окрашивания 11,22 и 2,19 соответственно. Не вдаваясь в теорию, полагают, что присутствие соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла предотвращает разрыв стенки полимерной капсулы и уменьшает свойство окрашивания обычных составов микроинкапсулированного пендиметалина.

Дополнительные тесты окрашивания проводили на различных подложках, сравнивая свойство окрашивания составов согласно настоящему изобретению, включающим другие органические соли щелочных и щелочноземельных металлов в сравнении с составами, включающими неорганическую соль. И в этом случае также, большее ΔE представляет большее окрашивание.

В таблице 3 показаны суммарные общие значения измерений окрашивания для тканевой клейкой ленты и пластыря для оказания первой помощи для состава

согласно настоящему изобретению, включающему сукцинат динатрия, в сравнении с коммерчески доступным составом, включающим неорганическую соль, который дополнительно сравнивали с составом, главным образом, не содержащим соли. Было неожиданно обнаружено, что состав, включающий сукцинат динатрия, (8,600) был в два раза менее окрашивающим, чем коммерчески доступный состав (16,348).

Таблица 3

ΔE	Тканевая клейкая лента	Пластырь для оказания первой помощи	Сумма
Коммерческий состав	7,453	8,895	16,348
Без соли	7,735	18,220	25,955
Сукцинат динатрия	4,220	4,380	8,600

(ΔE_{среднеквадратичное отклонение}=0,5)

Фигура 1 представляет графическое отображение данных, представленных в таблице 3.

В таблице 4 показаны общие результаты измерений значения окрашивания тканевой клейкой ленты для состава согласно настоящему изобретению, включающему ацетат натрия, в сравнении с коммерчески доступным составом, включающим неорганическую соль, который дополнительно сравнивали с составом, главным образом, не содержащим соли. Было неожиданно обнаружено, что состав, включающий ацетат натрия, (2,780) был в три раза менее окрашивающим, чем коммерчески доступный состав (7,453).

Таблица 4

ΔE	Тканевая клейкая лента
Ацетат натрия	2,780
Коммерческий состав	7,453
Без соли	7,735

(ΔE_{среднеквадратичное отклонение}=0,5)

Фигура 2 представляет графическое отображение данных, представленных в таблице 4.

В таблице 5 показаны результаты измерений значений окрашивания для пластыря для оказания первой помощи для состава согласно настоящему изобретению, включающему сукцинат динатрия, в сравнении с коммерчески доступным составом, включающим неорганическую соль, который дополнительно сравнивали с составом, главным образом, не содержащим соли. Было неожиданно обнаружено, что состав, включающий сукцинат натрия (4,380), окрашивал в два раза меньше, чем коммерчески доступный состав (8,895).

Таблица 5

ΔE	Пластырь для оказания первой помощи
Сукцинат динатрия	4,380
Коммерческий состав	8,895
Без соли	18,220

(ΔE_{среднеквадратичное отклонение}=0,5)

Фигура 3 представляет графическое отображение данных, представленных в таблице 5.

Фигура 4 отображает сравнение трех отдельных составов с ацетатом натрия, имеющих одинаковый состав, относительно окрашивания, измеренного для

коммерческого состава, при измерении на армированной клейкой ленте. Все три партии, включающие ацетат натрия, показывают значения ΔE 1,14, 1,60 и 1,84, что составляло лишь приблизительно половину от ΔE , показанного коммерческим составом, 3,19.

5 Фигура 5 отображает сравнение двух отдельных составов с ацетатом натрия, имеющих одинаковый состав, относительно окрашивания, измеренного для коммерческого состава, при измерении на пластыре для оказания первой помощи. Две партии, включающие ацетат натрия, показывают значения ΔE 4,06 и 5,41, что
10 составляло лишь приблизительно половину от ΔE , показанного коммерческим составом, 9.

 Фигура 6 отображает сравнение состава с ацетатом натрия относительно окрашивания, измеренного для коммерческого состава, при измерении на бумажной ленте. Партия, включающая ацетат натрия, показывала значения ΔE 2,57, что
15 составляло лишь приблизительно половину от ΔE , показанного коммерческим составом, 4,84.

 Фигура 7 отображает сравнение четырех отдельных составов с ацетатом натрия, имеющих одинаковый состав, относительно окрашивания, измеренного для
20 коммерческого состава, при измерении на тканевой клейкой ленте. Партии, включающие ацетат натрия, показывали значения ΔE 2,21, 2,67, 2,93 и 6,05, что составляло лишь от приблизительно трети до приблизительно половины от ΔE , показанного коммерческим составом, 11,22.

Устойчивость к коррозии

25 Получали составы капсульной суспензии пендиметалина, включающие приблизительно 15% органической соли щелочного и щелочноземельного металла, которые сравнивали с коммерческим составом, содержащим 15% хлорида натрия. Полоску нержавеющей стали (размеры: 6 дюймов на 1,5 дюйма) помещали в
30 растворы, включающие 15% хлорида натрия, и сравнивали с составами, содержащими 15% ацетата натрия, оксалата натрия, сукцината натрия, цитрата натрия и сульфита натрия, соответственно. Полоски наблюдали после 24 дней хранения при комнатной температуре.

 Было неожиданно обнаружено, что коррозия наблюдалась только в растворе
35 хлорида натрия, тогда как на оставшихся пластинах, находящихся в растворах солей, коррозии не обнаруживалось. Настоящее изобретение, таким образом, легко решает проблему коррозии контейнеров, которая наблюдалась у составов, присутствующих на рынке в настоящее время.

40 Эффективность

 Состав согласно примеру 3 выше тестировали против однолетних трав и некоторых широколиственных сорняков. Тесты проводили для изучения фитотоксичности составов согласно примеру 3 настоящего изобретения в сравнении с коммерчески доступным составом. Доза внесения тестируемого состава составляла 1-4 кварты/акр
45 до появления всходов сорняков путем разведения его 10 галлонами воды. Составы вносили с помощью сопел для капельного внесения.

 Первоначально параметры качественной визуальной оценки тестировали для фитотоксичности. Числовую шкалу оценки повреждений растения использовали для
50 определения фитотоксичности по шкале от 0 до 10, где 0 представляет отсутствие фитотоксичности и 10 представляет полное "уничтожение". Описание конкретных оценок растения является таким, как представлено ниже:

Оценка

Описание повреждений растения:

0 нет повреждений;

1 нет видимых повреждений, но непредусмотренное непостоянное воздействие;

2 слабые повреждения листа/ткани, в том числе скручивание листьев и некроз;

3 незначительный хлороз на некоторых листках, повреждения на до 10% растения;

4 повреждено 20% растения;

5 существенное повреждение значительной части растения (30-40%);

6 повреждено 40-60% растения;

7 хлороз или некроз на большей части растения (60-70%);

8 опавшие листья, отмирание ветвей;

9 ткани сильно повреждены (80-90%);

10 полное уничтожение.

Этими визуальными параметрами для оценки фитотоксичности были полегание культуры, эпинастия и гипонастия, задержка роста, некроз, хлороз или пожелтение культуры, пятнистость и ожог листьев, покрытие пятнами, гниение, нарушение формы листа и внешнего вида и отмирание побега или скручивание молодых листьев. Было неожиданно обнаружено, что тестируемые составы согласно настоящему изобретению получили оценки выше, нежели коммерческий состав по всем этим параметрам.

Помимо качественных параметров составы также тестировали в отношении количественных параметров, таких как средняя высота растения, среднее количество молодых листьев у растения, средний вес в сыром виде и сухой вес растения и среднее соотношение длина/ширина растений. Было неожиданно обнаружено, что тестируемые составы согласно настоящему изобретению получили оценки выше, нежели коммерческий состав по всем этим тестируемым параметрам.

Сравнительные образцы разводили в различных дозах, а именно 1X, 2X и 4X, вместе с контролем на сое на стадии трех листьев. Все дозы распыляли равномерно на участки. Каждую обработку наблюдали шесть раз в день 0, через 1, 3, 7, 14 и 28 дней после обработки. Все эксперименты были воспроизведены три раза, чтобы гарантировать статистическую точность. Было установлено, что состав согласно настоящему изобретению был, главным образом, нефитотоксичен в сравнении с коммерчески доступным составом.

Оценку фитотоксичности состава без какой-либо соли, состава согласно примеру 3, упомянутого выше, в сравнении с коммерческим составом, включающим неорганическую соль, проводили через 7 дней после опрыскивания. Качественные, а также количественные параметры критически наблюдали в соответствующие моменты времени. Было обнаружено, что образцы без соли и согласно примеру 3 показывали аналогичное нефитотоксичное воздействие на растения сои. Эти образцы не были фитотоксичны в рекомендуемой дозе и дозе, вдвое большей, нежели рекомендуемая, тогда как четырехкратно превышенная рекомендуемая доза (4X) состава согласно примеру 3 показывала лишь незначительную фитотоксичность в отношении растения (скручивание краев листьев вместе с остановкой роста). В отличие от этого коммерчески доступный состав приводил к значительно более высокой степени фитотоксичности, нежели остальные образцы. Кроме того, участки, опрыскиваемые коммерческим составом, проявляли меньшее количество растений по сравнению с соответствующими другими участками. Кроме того, рост растений был замедлен, и различные фитотоксические симптомы, такие как легкий хлороз, некроз, пятнистость/ожоги и скручивание листьев, наблюдали в зависимости от дозы на участках, опрыскиваемых коммерческим составом.

Наблюдения повторяли на 15-й день после внесения распыляемых растворов. Наблюдали, что на участках, опрыскиваемых составом согласно примеру 3 и составами без какой-либо соли, растения, которые показывали незначительную фитотоксичность на 7-й день, были обнаружены полностью восстановившимися от первоначального шока. С другой стороны, более высокая степень некроза и хлороза (пожелтение культуры) и/или пятнистости или ожогов наблюдали на участке, опрыскиваемом коммерческим составом, даже через 15 дней после внесения. Результаты испытаний фитотоксичности приведены в виде таблицы ниже:

7-й день тестирования:

Параметры	Без соли 1X	Без соли 2X	Без соли 4X	Пример 3 1X	Пример 3 2X	Пример 3 4X	Коммерческий 1X	Коммерческий 2X	Коммерческий 4X
Некроз	2	1,5	2,5	1	1	2	3	3,5	3,5
Хлороз	1,5	2,5	3	1,5	2,5	3,5	3	3,5	5
Образование пятен или ожогов	2,5	3,5	3,5	2,5	3,5	3	4,5	5,5	7
Высота растения (см, средн.) Контроль=10,3 см	8,78	8,45	8,30	10,38	9,60	9,20	7,20	7,0	6,95

15-й день тестирования:

Параметры	Без соли 1X	Без соли 2X	Без соли 4X	Пример 3 1X	Пример 3 2X	Пример 3 4X	Коммерческий 1X	Коммерческий 2X	Коммерческий 4X
Некроз	2	2,5	2	1,5	1,5	2	3	3	4
Хлороз	3	3,5	3	2	4	3	4,5	5,5	6
Образование пятен или ожогов	3,5	5	4	4	4,5	4,5	4,5	5	6,5
Высота растения (см, средн.) контроль=17,0 см	15,0	13,05	12,20	14,95	13,75	11,8	11,55	9,95	9,55

Таким образом, было установлено, что составы согласно варианту осуществления настоящего изобретения, а также состав без какой-либо соли были значительно менее фитотоксичны, показали значительно меньшую задержку роста растений в сравнении с коммерчески доступным составом.

Среднее количество растущих растений на участок

Параметры	Без соли 1X	Без соли 2X	Без соли 4X	Пример 3 1X	Пример 3 2X	Пример 3 4X	Коммерческий 1X	Коммерческий 2X	Коммерческий 4X
Среднее количество растущих растений (Контроль=145)	132	128,5	111	142,5	144	124,5	110	115	105

Было установлено, что максимальная плотность растущих растений наблюдалась на участке, который опрыскивали составом согласно примеру 3, которая была практически сравнима с контрольным участком или участком, опрыскиваемым составом без какой-либо соли. Неожиданно, но участки, опрыскиваемые коммерческим образцом, показывали наименьшую плотность растущих растений. Было неожиданным, что присутствие соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла может приводить к существенному увеличению плотности растущих растений.

Там, где вышеизложенная ссылка была сделана на компоненты, имеющие известные эквиваленты, такие эквиваленты включены в настоящий документ, как если бы они были отдельно изложены.

Соответственно, будет понятно, что изменения могут быть внесены в описанные выше аспекты и варианты осуществления настоящего изобретения без отклонения от принципов, изложенных в настоящем документе. Дополнительные преимущества настоящего изобретения станут очевидными для специалистов в данной области после рассмотрения принципов в конкретной форме, которая описана и проиллюстрирована. Таким образом, будет понятно, что изобретение не ограничено

конкретными описанными или проиллюстрированными вариантами осуществления, а предназначено охватывать все изменения и модификации, которые находятся в пределах объема настоящего изобретения.

5

Формула изобретения

1. Состав капсульной суспензии пендиметалина, включающий гербицидно эффективное количество микроинкапсулированного пендиметалина; причем микрокапсулы, включающие указанное гербицидно эффективное количество пендиметалина, инкапсулированы в полимерную стенку капсулы, указанная полимерная стенка образована *in situ* путем реакции межфазной полимеризации, происходящей между органической жидкой фазой, диспергированной в водной жидкой фазе, причем по меньшей мере одна из указанных органической и водной жидких фаз характеризуется тем, что включает по меньшей мере одну соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла, где указанная органическая кислота выбрана из уксусной кислоты, пропионовой кислоты, лимонной кислоты, фумаровой кислоты, винной кислоты, щавелевой кислоты, янтарной кислоты, валериановой кислоты, малоновой кислоты, глутаровой кислоты, адипиновой кислоты и фталевой кислоты, причем указанная полимерная стенка образована путем реакции межфазной полимеризации, инициированной контактом первого образующего стенку компонента со вторым образующим стенку компонентом, причем указанный первый образующий стенку компонент выбран из полиизоцианата, полихлорангидрида кислоты, полихлорформиата и полисульфонилхлорида, причем указанный второй образующий стенку компонент выбран из полиамина и полиола.

2. Состав по п.1, где указанный первый образующий стенку компонент представляет собой полиизоцианат, выбранный из тетраметилендиизоцианата, пентаметилендиизоцианата, гексаметилендиизоцианата, толуолдиизоцианата, дифенилметилен-4,4'-диизоцианата, полиметиленполифениленизоцианата, 2,4,4'-дифенилового эфира триизоцианата, 3,3'-диметил-4,4'-дифенилдиизоцианата, 3,3'-диметокси-4,4'-дифенилдиизоцианата, 1,5-нафтилендиизоцианата и 4,4'4''-трифенилметантриизоцианата.

3. Состав по п.1, где указанный второй образующий стенку компонент представляет собой полиамин, выбранный из этилендиамина, пропилен-1,3-диамина, тетраметилендиамина, пентаметилендиамина, 1,6-гексаметилендиамина, диэтилентриамина, триэтилентетрамина, тетраэтиленпентамина, пентаэтиленгексамина, 4,9-диоксадодекан-1,12-диамина, 1,3-фенилендиамина, 2,4- и 2,6-толуолдиамина и 4,4'-диаминодифенилметана или их кислотно-аддитивных солей.

4. Состав по п.2, где указанный первый образующий стенку компонент присутствует в количестве от 0,1% до 20% по весу органической фазы.

5. Состав по п.4, где указанный второй образующий стенку компонент присутствует в количестве от 0,3% до 7,5% по весу относительно общего веса состава.

6. Состав по п.1, где часть указанного щелочного или щелочноземельного металла указанной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла выбрана из натрия и калия.

7. Состав по п.1, где указанная соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла представляет собой ацетат натрия или сукцинат динатрия.

8. Состав по п.1, включающий от 0,2% до 5% по весу поверхностно-активного вещества, выбранного из солей этоксилированной лигносульфоновой кислоты, солей

лигносульфоновой кислоты, окисленных лигнинов, солей лигнина, солей сополимеров стирола и малеинового ангидрида, поливинилового спирта, солей неполных сложных эфиров сополимеров стирола и малеинового ангидрида, неполных солей полиакриловой кислоты и неполных солей терполимеров полиакриловой кислоты.

5 9. Состав по п.1, где указанная соль органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла или их смеси присутствует в количестве от 2% до 55% по весу состава.

10. Состав по п.1, включающий от 5% до 60% активного ингредиента пендиметалина.

11. Состав по п.10, где указанная полимерная стенка оболочки составляет от 1% по весу до 20% по весу состава.

12. Состав по п.1, где указанные микрокапсулы имеют размер частиц от 2 микрометров до 50 микрометров.

15 13. Состав по п.1, дополнительно включающий по меньшей мере одно вспомогательное вещество, выбранное из пеногасителя в количестве от 0,01% до 5% по весу состава, реологический модификатор в количестве от 0,01% до 3% по весу состава, минеральную кислоту от 0,1% до 10% по весу состава и биоцид в количестве от 0,01% до 3% по весу состава.

20 14. Способ получения состава капсульной суспензии, причем указанный способ включает этапы, на которых:

а) образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла, где указанную органическую кислоту выбирают из уксусной кислоты, пропионовой кислоты, лимонной кислоты, фумаровой кислоты, винной кислоты, щавелевой кислоты, янтарной кислоты, валериановой кислоты, малоновой кислоты, глутаровой кислоты, адипиновой кислоты и фталевой кислоты;

б) образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно определенного количества полиизоцианатного образующего стенку компонента;

35 в) диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе для получения эмульсии с образованием поверхности раздела между дискретными каплями органической фазы и водной фазой; и

40 д) эмульгируют в течение достаточного периода времени, чтобы позволить фактическое завершение реакции самополимеризации полиизоцианата так, чтобы указанные капли жидкости в органической фазе превратились в капсулы, включающие оболочки из полимочевины, заключающие активный ингредиент пендиметалина.

45 15. Способ по п.14, где указанная полимерная стенка оболочки представляет собой стенку из полимочевины, образованную путем реакции самоконденсации полиизоцианатного образующего стенку компонента.

16. Способ по п.14, где указанную эмульсию указанной органической фазы в указанном водном растворе нагревают до температуры от 20°C до 100°C.

50 17. Способ по п.14, где полимерную стенку оболочки образуют путем диспергирования капель органической фазы в непрерывной водной фазе для получения эмульсии с последующим нагреванием эмульсии, полученной в результате из нее, или нагревания непрерывной водной фазы и диспергирования капель органической фазы в нагреваемой непрерывной водной фазе с образованием

эмульсии, таким образом осуществляя необходимую реакцию самоконденсации на поверхности раздела между каплями органической фазы и водной фазой.

18. Способ получения состава капсульной суспензии, причем указанный способ включает этапы, на которых:

5 а) образуют водный раствор, включающий по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество и предварительно определенное количество по меньшей мере одной соли органической кислоты и щелочного или щелочноземельного металла, где указанную органическую кислоту выбирают из уксусной кислоты, пропионовой
10 кислоты, лимонной кислоты, фумаровой кислоты, винной кислоты, щавелевой кислоты, янтарной кислоты, валериановой кислоты, малоновой кислоты, глутаровой кислоты, адипиновой кислоты и фталевой кислоты;

15 б) образуют органическую фазу путем плавления гербицидно эффективного количества активного ингредиента пендиметалина и добавления предварительно определенного количества первого компонента стенки к указанной органической фазе;

с) диспергируют указанную органическую фазу в указанном водном растворе с получением эмульсии; и

20 д) добавляют второй образующий стенку компонент к указанной эмульсии так, чтобы указанный второй образующий стенку компонент реагировал с указанным первым образующим стенку компонентом, включенным в указанную эмульсию, с образованием полимерной стенки, инкапсулирующей по меньшей мере указанное гербицидно эффективное количество активного ингредиента пендиметалина,

25 где указанный первый образующий стенку компонент выбран из полиизоцианата, полихлорангидрида кислоты, полихлорформиата и полисульфонилхлорида,

где указанный второй образующий стенку компонент выбран из полиамина и полиола.

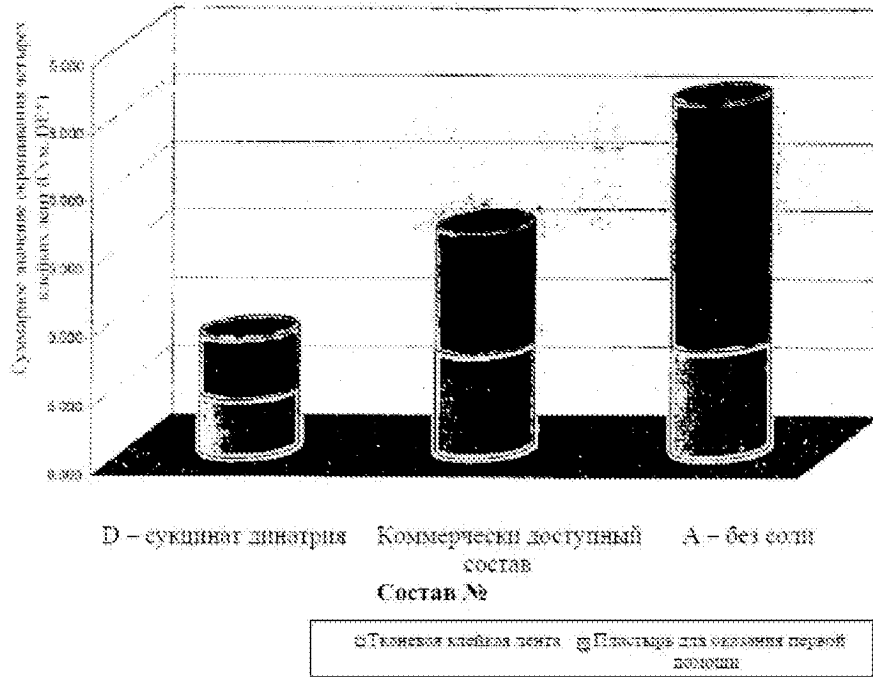
19. Способ по п.18, где первый образующий стенку компонент добавляют в
30 расплавленный пендиметалин при перемешивании.

20. Способ по п.18, дополнительно включающий этап, на котором нейтрализуют реакционную смесь неорганической кислотой.

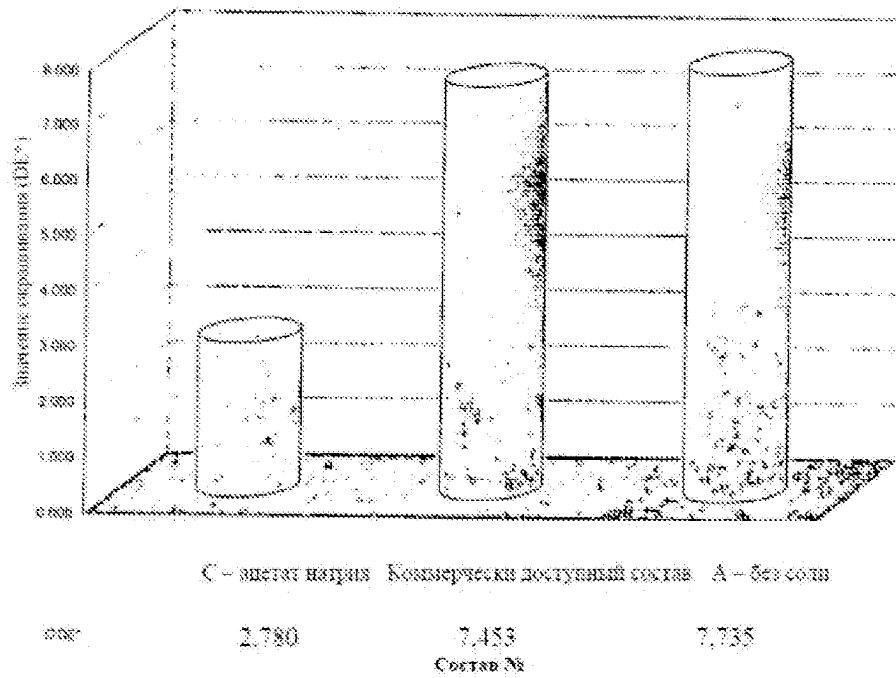
21. Способ по п.20, где этап добавления второго образующего стенку компонента к эмульсии проводят при температуре от 35°C до 85°C.

35 22. Способ контроля нежелательных видов растений на участке, причем указанный способ включает этапы, на которых вносят на желаемый участок гербицидно эффективное количество состава микроинкапсулированного пендиметалина по пп.1-13 или состава капсульной суспензии, получаемого с помощью способа по пп.14-21.

Общие значения окрашивания

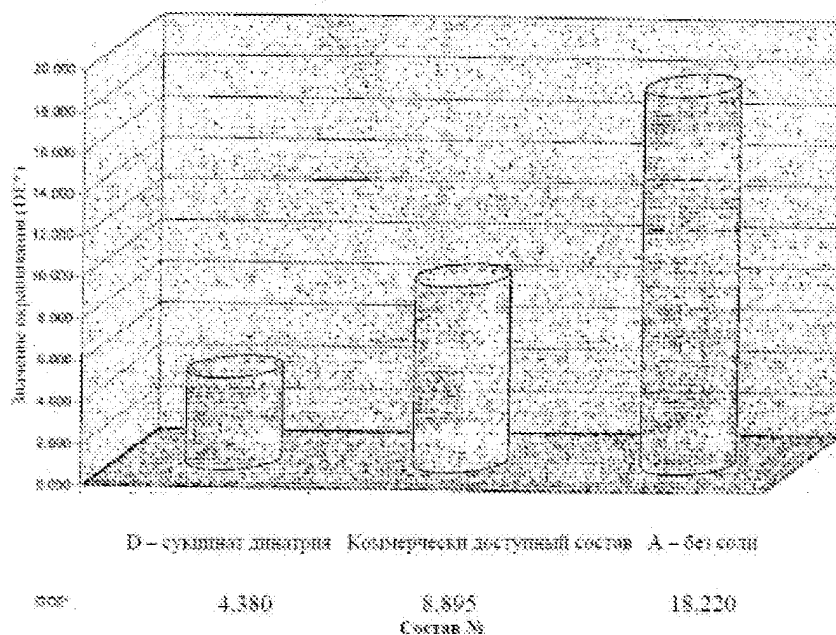


Фиг. 1
Окрашивание краевой клейкой ленты



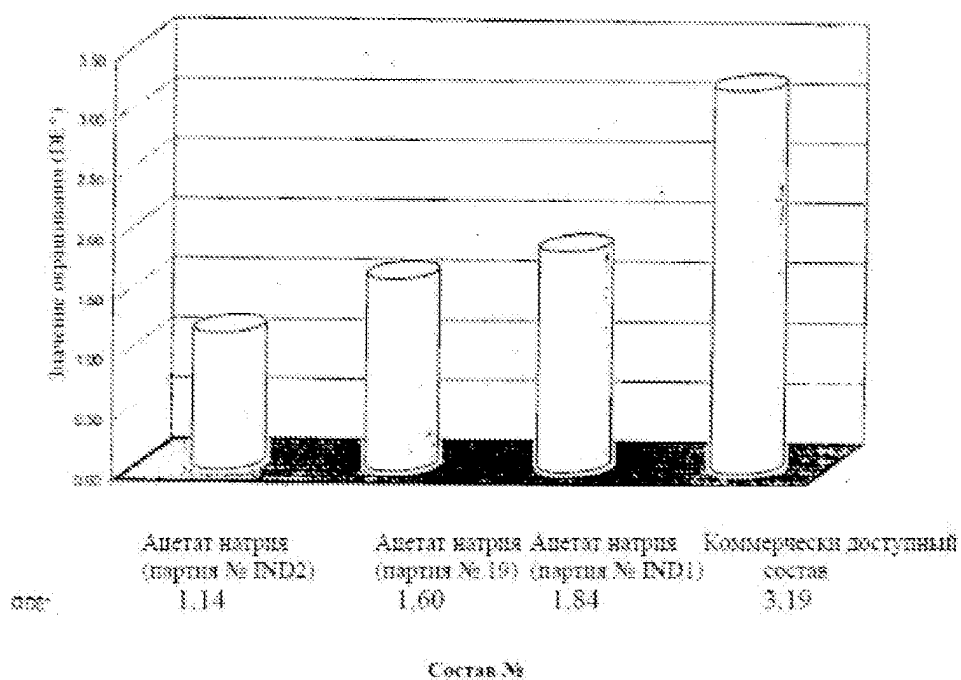
Фиг. 2

Окрашивание пластыря для оказания первой помощи



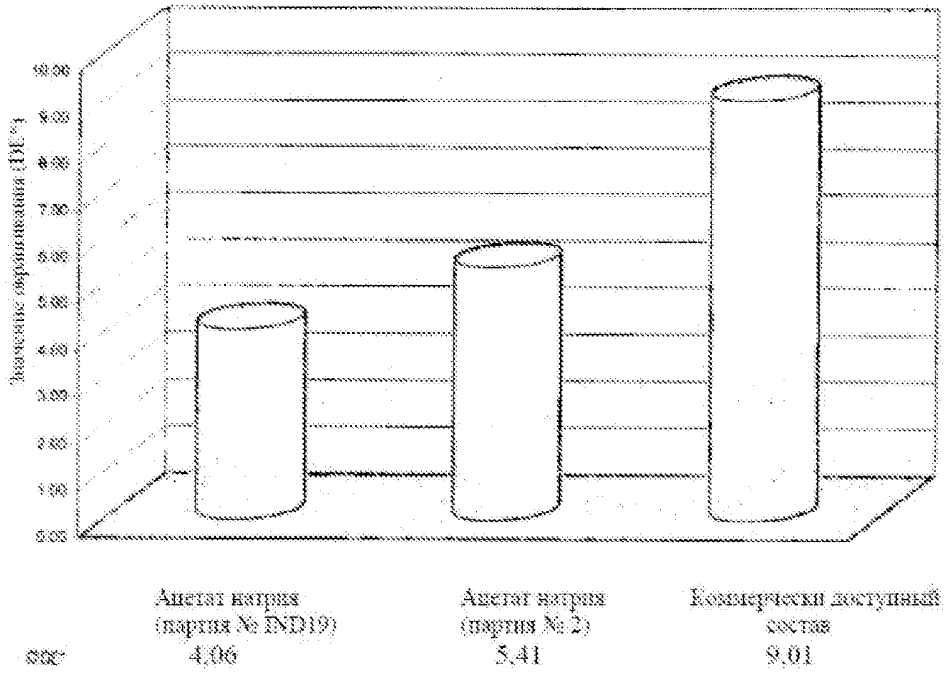
Фиг. 3

Окрашивание армированной клейкой ленты



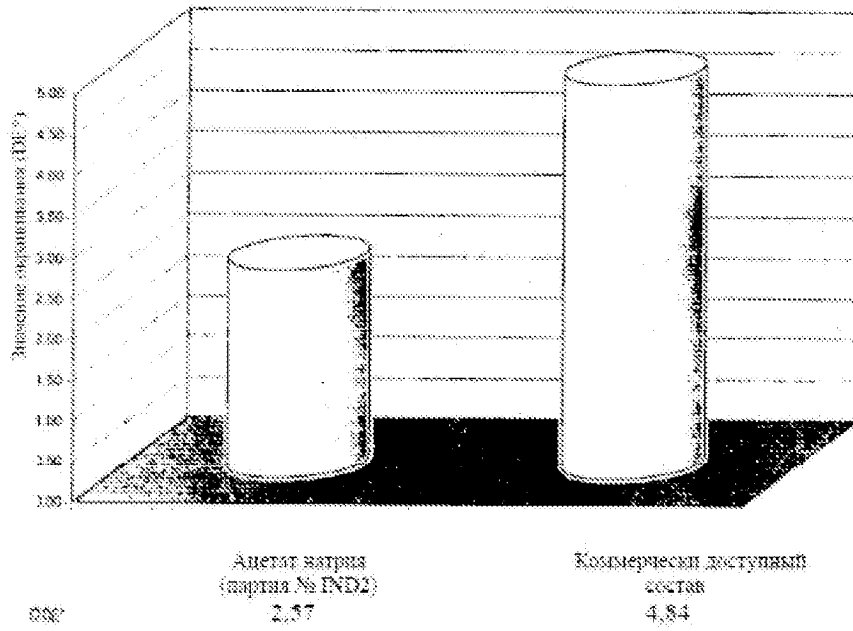
Фиг. 4

Окрашивание пластыря для оказания первой помощи



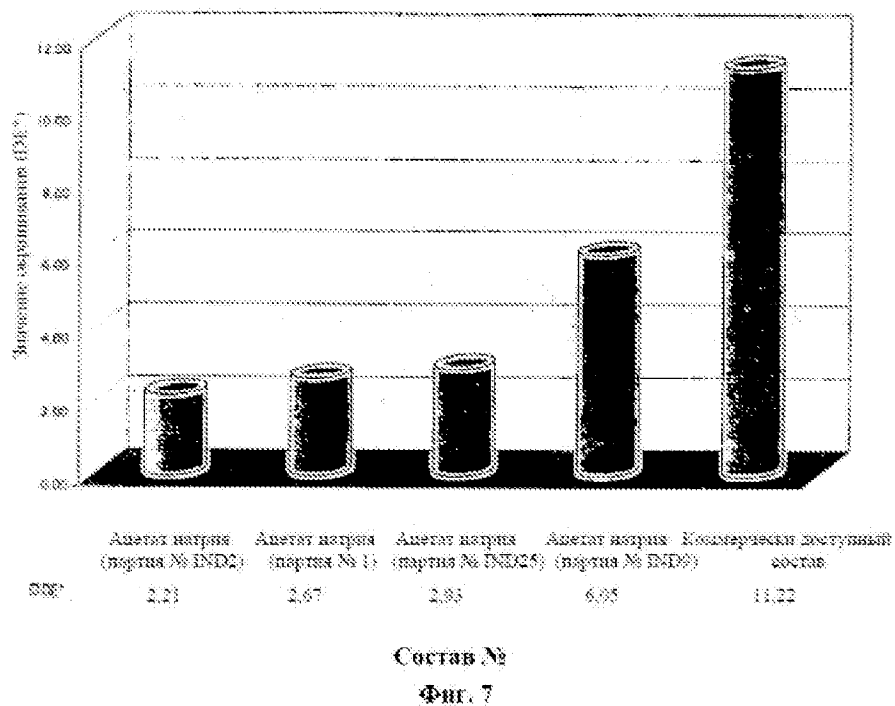
Состав №
Фиг. 5

Окрашивание бумажной клейкой ленты



Состав №
Фиг. 6

Окрашивание тканевой клеевой ленты



PD4A Изменение наименования, фамилии, имени, отчества патентообладателя

(73) Патентообладатель(и):
ЮПЛ ЛИМИТЕД (IN)

Дата внесения записи в Государственный реестр: **09.09.2014**

Дата публикации: **27.09.2014**