



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **129662** (13) **C2**
(51) МПК (2025.01)

A01N 37/42 (2006.01)

A01N 25/04 (2006.01)

A01N 25/30 (2006.01)

A01P 21/00

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ
"УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

<p>(21) Номер заявки: a 2022 04858</p> <p>(22) Дата подання заявки: 20.05.2021</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: 26.06.2025</p> <p>(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: 20177038.5</p> <p>(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: 28.05.2020</p> <p>(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку: EP</p> <p>(41) Публікація відомостей про заявку: 31.05.2023, Бюл.№ 22</p> <p>(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: 25.06.2025, Бюл.№ 26</p> <p>(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ: PCT/EP2021/063557, 20.05.2021</p>	<p>(72) Винахідник(и): Соланкі Ріна (GB), Броке Жан-Шарль (GB)</p> <p>(73) Володілець (володільці): СІНГЕНТА КРОП ПРОТЕКШН АГ, Rosentalstrasse 67, 4058 Basel, Switzerland (CH)</p> <p>(74) Представник: Петров Андрій Володимирович, реєстр. №139</p> <p>(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: CN 105454271 A, 06.04.2016 WO 98/00009 A1, 08.01.1998 WO 2011/063948 A2, 03.06.2011</p>
--	---

(54) КОМПОЗИЦІЇ НА ОСНОВІ ТРИНЕКСАПАК-ЕТИЛУ У ВИГЛЯДІ МІКРОЕМУЛЬСІЙ

(57) Реферат:

Винахід стосується композиції на основі тринексапак-етилу у вигляді мікроемульсії, що містить:

(i) тринексапак-етил, і

(ii) блок-співполімер полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид),

де середня молекулярна маса блока полі(пропіленоксид) у молекулі блок-співполімеру знаходиться в діапазоні від 1450 до 3000 г/моль і масовий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні 20-50 %, причому така композиція корисна у сільському господарстві для регуляції росту рослин.

UA 129662 C2

Назва винаходу

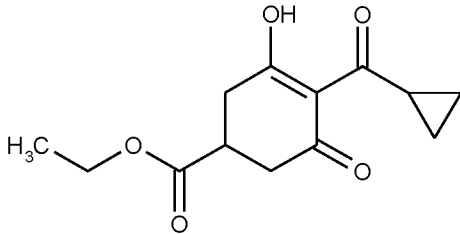
Нові композиції на основі тринексапак-етилу у вигляді мікроемульсій

Галузь техніки

5 Даний винахід стосується нової композиції на основі тринексапак-етилу у вигляді мікроемульсії. Такі композиції корисні у сільському господарстві для регуляції росту рослин.

Рівень техніки

Тринексапак-етил характеризується наступною хімічною формулою:



10

Тринексапак-етил являє собою системний регулятор росту рослин і уповільнювач росту, який поглинається листям, переміщується акропетально й базипетально по флоемі й ксилемі до зростаючих пагонів. Тринексапак-етил знижує ріст стебел завдяки пригніченню подовження міжвузлів. Тринексапак-етил особливо добре застосовується для зернових культур, таких як

15

пшениця та ячмінь. Тринексапак-етил переважно одержують у вигляді складу мікроемульсії (МЕ). Мікроемульсії зазвичай розбавляють великим надлишком води, тобто готують так звану бакову суміш, перед внесенням фермером на поле. Проте багато мікроемульсій часто характеризуються технічними

20

недоліками під час розбавлення в резервуарах, такими як утворення відкладень або утворення більших крапель масла в результаті коалесценції. Отже, існує постійна потреба у розробці поліпшених складів мікроемульсій, які проявляють кращу фізичну стабільність. Крім того, хімічна стабільність тринексапак-етилу, тобто так званий термін придатності, у складах часто не

25

Опис варіантів здійснення

Отже, у першому аспекті винаходу як варіант здійснення 1 передбачена композиція у вигляді мікроемульсії, що містить

(i) тринексапак-етил і

(ii) блок-співполімер полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид),

30

де середня молекулярна маса блока полі(пропіленоксид) у молекулі блок-співполімеру знаходиться в діапазоні від 1450 до 3000 грамів/моль, і ваговий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні 20-50 %.

35

Однією із вирішальних властивостей складу, такого як композиція відповідно до варіанта здійснення 1, є його довгострокова стабільність. Температури під час транспортування указаних складів можуть сильно розрізнятися, наприклад, від -20 °С до 50 °С. Будь-яка форма нестабільності у складі може чинити серйозний вплив на активний інгредієнт, наявний у складі, й на можливі варіанти застосування й оброблення. Було виявлено, що несподівано тільки комбінації тринексапак-етилу з дуже специфічними поверхнево-активними речовинами можуть утворювати фізично й хімічно стабільну мікроемульсію на основі тринексапак-етилу з

40

прийнятними властивостями розбавлення у воді. Стабільність концентрованих мікроемульсій після розбавлення водою має особливе значення, оскільки такі концентрати перед застосуванням спершу багатократно розбавляють певною кількістю води. Несподівано було виявлено, що мікроемульсії відповідно до варіанта здійснення 1 зберігають свої властивості мікроемульсій навіть після багатократного розбавлення певною кількістю води, чого не відбувається у випадку мікроемульсій з іншими

45

типами поверхнево-активних речовин.

Як варіант здійснення 2 передбачена композиція у вигляді мікроемульсії відповідно до варіанта здійснення 1, де середня молекулярна маса блока полі(пропіленоксид) у молекулі блок-співполімеру знаходиться в діапазоні від 1700 до 2800 грамів/моль, і ваговий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні

50

30-45 %.

Як варіант здійснення 3 передбачена композиція у вигляді мікроемульсії відповідно до варіанта здійснення 1 або 2, де середня молекулярна маса блока полі(пропіленоксид) у

молекулі блок-співполімеру знаходиться в діапазоні від 2000 до 2800 грамів/моль, і ваговий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні 35-45 %.

5 Як варіант здійснення 4 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-3, де концентрація блок-співполімеру полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид) у композиції у вигляді мікроемulsії становить від 50 до 125 грамів/літр.

10 Як варіант здійснення 5 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-4, де концентрація блок-співполімеру полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид) становить від 75 до 100 грамів/літр.

Як варіант здійснення 6 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-5, де концентрація тринексапак-етилену становить від 200 до 400 грамів/літр.

15 Як варіант здійснення 7 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-6, де концентрація тринексапак-етилену становить від 225 до 300 грамів/літр.

Як варіант здійснення 8 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-7, де композиція додатково містить поверхнево-активні речовини, вибрані з алкоксилатів касторової олії.

20 Зокрема, як варіант здійснення 9 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-8, де композиція додатково містить від 400 до 600 грамів/літр змішаного з водою розчинника.

25 Зокрема, як варіант здійснення 10 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-9, де змішуваний із водою розчинник вибраний з амілового спирту або суміші на його основі. Застосовуваний у даному документі термін "аміловий спирт" являє собою будь-який із 8 спиртів із формулою $C_5H_{12}O$. Придатний продукт продається під торговельною маркою PENTANOL 45®.

30 Блок-співполімери етиленоксиду й пропіленоксиду можуть являти собою ди- й триблок-співполімери, такі як блок-співполімер ABA або BAB або блок-співполімери BA. Приклади включають серію GENAPOL® PF (CLARIANT), серію PLURONIC® (BASF), серію SYNPERONIC® PE (CRODA) або серію TOXIMUL® (STEPAN). Група блок-співполімерів етиленоксиду/пропіленоксиду для застосування в композиціях у вигляді мікроемulsій за варіантом здійснення 1 являє собою блок-співполімер полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид) із середньою молекулярною масою блока полі(пропіленоксид) у діапазоні від 35 1450 до 3000 грамів/моль, і ваговий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні 20-50 %. Переважними блок-співполімерами є триблок-співполімери з ABA. Приклади, придатні для застосування в мікроемulsії відповідно до варіанта здійснення 1, включають без обмеження продукти, що продаються під торговельними марками Pluronic® PE6200, Pluronic® PE6400, Pluronic® P84 і Pluronic® PE9400.

40 Фахівцю в даній галузі техніки відомо, що блок-співполімери Pluronic®, що являють собою полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид), характеризуються середньою молекулярною масою блока полі(пропіленоксид) у молекулі блок-співполімеру й відсотковим умістом блока полі(етиленоксид) усього співполімеру в так званій "сітці Pluronic" [P. Bahadur and G. Riess, Tenside Surf. Det., 28, 1991, 173]. Сітка Pluronic знаходиться в діапазонах від 950 до 45 4000 грамів/моль середньої молекулярної маси блока полі(пропіленоксид) і від 10 до 80 % вагових відсотків блока полі(етиленоксид). Як згадувалося вище, несподівано було виявлено, що тільки дуже невелика вибірка блок-співполімерів полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид) може забезпечити фізично й хімічно стабільний склад на основі тринексапак-етилену у вигляді мікроемulsії.

50 Як варіант здійснення 11 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-10, що додатково містить алкілбензолсульфонат. Зокрема, як варіант здійснення 12 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до варіанта здійснення 11, де алкілбензолсульфонат являє собою додецилбензолсульфонат, більш конкретно додецилбензолсульфонат кальцію. Як варіант здійснення 13 композиція у вигляді 55 мікроемulsії містить від 5 до 15 грамів/літр алкілбензолсульфонату. Придатний продукт продається під торговельною маркою PHENYLSULFONATE 2842®.

Як варіант здійснення 14 передбачена композиція у вигляді мікроемulsії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-13, що додатково містить протиспінювальну емульсію, зокрема силіконову протиспінювальну емульсію. Як варіант здійснення 15 композиція у вигляді

мікроемульсії містить від 5 до 15 грамів/літр протиспінювальної емульсії. Придатний продукт продається під торговельною маркою SAG 1572®.

Композиції у вигляді мікроемульсії відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-15 корисні для регуляції росту рослин, які включають нанесення на рослину композиції відповідно до будь-якого з варіантів здійснення 1-15. Зокрема, композиції у вигляді мікроемульсії за даним винаходом придатні для регуляції росту злакових рослин, зокрема пшениці та ячменю.

Умови експерименту:

Порівняння різних типів поверхнево-активних речовин як емульгаторів у мікроемульсіях на основі тринексапак-етилу:

(i) Склад досліджуваних композицій:

Компонент	грамів/літр
Тринексапак-етил	250
Емульгатор E1*	80
Продукт конденсації касторової олії й етиленоксиду	10
Лінійна кальцієва сіль додецилбензолсульфо кислоти	10
Протиспінювач	0,1
Вода	75
Суміш ізомерів пентанолу	до 1 літра
УСЬОГО	1 літр

*Щодо технічної придатності досліджували широкий спектр поверхнево-активних речовин (див. пункт (ii)).

(ii) Результати досліджень складів відповідно до пункту (i), де E1 стосується емульгатора E1 в пункті (i):

Номер	Хімічний склад емульгатора для емульгатора E1 [торговельна марка]	Змішуваність емульгатора в складі	Зовнішній вигляд ME**	Зовнішній вигляд 1 % розведення через 24 години при 30 °C
1	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (40 % PEO, 3250 грамів/моль PPO) [Pluronic PE10400®]	Так	Жовтий, прозорий – злегка мутний	Мутний, жовтуватобежевий осад
2	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (20 % PEO, 1750 грамів/моль PPO) [Pluronic PE6200®]	Так	Жовтий, прозорий – злегка мутний	Опалесцювальний
3	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (50 % PEO, 2250 грамів/моль PPO) [Pluronic P85®]	Так	Злегка мутний	Невелика кількість опалесцювального осаду бежевого кольору
4	Етоксилат спирту, C12-C15 [Atlox 4894®]	Так	Бурштиновий, непрозорий	Опалесцювальний бежевий осад
5	Поліоксиетиленсорбітантриолат (20) [Tween 85®]	Так	Бурштиновий, непрозорий	Жовтуватий осад
6	Розчин акрилового прищепленого співполімеру у воді/пропіленгліколі [Tersperse 2500®]	Так	Опалесцювальна бежева емульсія	Жовтуватий осад
7	Блок-співполімер поліалкіленоксиду [Atlas G5000D®]	Так	Бурштиновий, злегка мутний	Велика кількість масла + жовтуватий осад
8	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (50 % PEO, 3250 грамів/моль PPO) [Pluronic PE10500®]	Так	Бурштиновий, злегка мутний	Мутна емульсія з бежевим осадом
9	Триблок-співполімер етиленоксиду й	Так	Злегка мутний	Жовте масло на дні

Номер	Хімічний склад емульгатора для емульгатора Е1 [торговельна марка]	Змішуваність емульгатора в складі	Зовнішній вигляд МЕ**	Зовнішній вигляд 1 % розведення через 24 години при 30 °С
	пропіленоксиду, обернений (25 % PEO) [Pluronic RPE2525®]			
10	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (40 % PEO, 1750 грамів/моль PPO) [Pluronic PE6400®]	Так	Злегка мутний	Опалесцювальна емульсія
11	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (20 % PEO, 2750 грамів/моль PPO) [Pluronic PE9200®]	Так	Злегка мутний	Невелика кількість жовтого осаду
12	Конденсат блока поліоксietiлену-поліоксипропілену на етилендіаміні [Tetronic 1107®]	Так	Жовтий, прозорий – злегка мутний	Бежевий осад
13	Конденсат блока поліоксietiлену-поліоксипропілену на етилендіаміні [Tetronic 904®]	Так	Жовтий, прозорий – злегка мутний; поява білого осаду	Опалесцювальна емульсія
14	Конденсат блока поліоксietiлену-поліоксипропілену на етилендіаміні [Tetronic 1301®]	Так	Жовтий, прозорий – злегка мутний; поява білого осаду	NT
15	Конденсат блока поліоксietiлену-поліоксипропілену на етилендіаміні [Tetronic 1304®]	Так	Непрозорий жовтий/бурштиновий розчин; поява білого осаду	NT
16	Конденсат блока поліоксietiлену-поліоксипропілену на етилендіаміні [Tetronic 704®]	Так	Непрозорий жовтий/бурштиновий розчин; поява білого осаду	NT
17	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (30 % PEO, 1200 грамів/моль PPO) [Pluronic L43®]	Так	З утворенням водного осаду	Осад
18	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (40 % PEO, 2250 грамів/моль PPO) [Pluronic P84®]	Так	Прозорий жовто-бурштиновий розчин	Опалесцювальна емульсія
19	Полігліколевий етер ізотридецилового спирту (8 EO) [Genapol X-080®]	Ні	Злегка мутний – не змішується в МЕ	Бежевий осад
20	Полігліколевий етер ізотридецилового спирту (6 EO) [Genapol X-060®]	Так	Жовтий, прозорий – злегка мутний	Жовтий осад
21	Полігліколевий етер олеїлового спирту (10 EO) [Genapol O-100®]	Ні	Прозорий з незмішуваними краплями води	N/a
22	Поліетиленгліколевий етер олеїлового спирту (8 EO) [Genapol O-080®]	Ні	Непрозорий, незмішуваний у МЕ	N/a
23	Полігліколевий етер ізотридецилового спирту (5 EO) [Genapol X-050®]	Ні	Непрозорий, незмішуваний у МЕ	N/a

Номер	Хімічний склад емульгатора для емульгатора E1 [торговельна марка]	Змішуваність емульгатора в складі	Зовнішній вигляд ME**	Зовнішній вигляд 1 % розведення через 24 години при 30 °C
24	Етоксилат насиченого жирного спирту C12/C18 (10 EO) [Genapol C-100®]	Так	Жовтий, прозорий	Масло + осад в SHW D
25	Блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (40 % PEO, 2750 грамів/моль PPO) [Pluronic PE9400®]	Так	Прозорий бурштиновий розчин	Опалесцентний розчин із невеликою кількістю "вершків"

NT = не тестували

N/a = не застосовно

Заштриховані склади представляють хімічні склади емульгаторів у рамках обсягу даного винаходу.

Можна побачити, що несподівано тільки дуже специфічні типи емульгаторів є придатними для одержання композицій у вигляді мікроемульсій, які технічно придатні для реального застосування. Зокрема, виявилось, що деякі емульгатори не змішуються з мікроемульсіями. Наприклад, із серії GENAPOL® змішувався тільки Genapol C-100® (склад 24). Проте з використанням Genapol C-100® проявлялася седиментація після розбавлення водою. Також неприйнятними виявилися емульгатори серії TETRONIC®.

(iii) Хімічна стабільність активного інгредієнта тринексапак-етилу:

Хімічну стабільність тринексапак-етилу в композиціях у вигляді мікроемульсій з різними емульгаторами E1 тестували протягом 12 тижнів за температур -18 і 40 °C. Наступні емульгатори E1 використовували в складах відповідно до пункту (i) (за винятком того, що для деяких із них не використовували протиспінювач) для хімічної стабільності:

a) блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (20 % PEO, 1750 грамів/моль PPO) [Pluronic PE6200®];

b) блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (40 % PEO, 1750 грамів/моль PPO) [Synperonic PE/L64®];

c) блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (40 % PEO, 2250 грамів/моль PPO) [Pluronic P84®]

d) блок-співполімер пропіленоксиду/етиленоксиду (40 % PEO, 2750 грамів/моль PPO) [Pluronic PE9400®]

Склад	Відсоток втрат тринексапак-етилу через 12 тижнів при 40 °C порівняно з -18 °C
згідно з пунктом (i) (за винятком того, що протиспінювач не використовувався) з емульгатором a)	7,6 %
згідно з пунктом (i) (за винятком того, що протиспінювач не використовувався) з емульгатором b)	7,1 %
згідно з пунктом (i) (за винятком того, що протиспінювач не використовувався) з емульгатором c)	4,0 %
згідно з пунктом (i) з емульгатором c)	4,6 %
згідно з пунктом (i) з емульгатором d)	4,8 %

Тільки склади з емульгатором c) і d) показали прийнятний профіль хімічної стабільності. Це означає, що тільки склади з використанням емульгаторів c) і d) забезпечують прийнятний для комерційного складу термін придатності.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Композиція у вигляді мікроемульсії, що містить:

(i) тринексапак-етил, і

(ii) блок-співполімер полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид),

де середня молекулярна маса блока полі(пропіленоксид) у молекулі блок-співполімеру знаходиться в діапазоні від 1450 до 3000 г/моль і масовий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні 20-50 %.

2. Композиція у вигляді мікроемульсії за п. 1, де середня молекулярна маса блока полі(пропіленоксид) у молекулі блок-співполімеру знаходиться в діапазоні від 1700 до 2800 г/моль і масовий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні 30-45 %.
- 5 3. Композиція у вигляді мікроемульсії за п. 1, де середня молекулярна маса блока полі(пропіленоксид) у молекулі блок-співполімеру знаходиться в діапазоні від 2000 до 2800 г/моль і масовий відсоток блока полі(етиленоксид) як частини всієї молекули блок-співполімеру знаходиться в діапазоні 35-45 %.
- 10 4. Композиція у вигляді мікроемульсії за будь-яким із пп. 1-3, де концентрація блок-співполімеру полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид) у композиції у вигляді емульсії становить від 50 до 125 г/л.
5. Композиція у вигляді мікроемульсії за п. 4, де концентрація блок-співполімеру полі(етиленоксид)-полі(пропіленоксид)-полі(етиленоксид) становить від 75 до 100 г/л.
- 15 6. Композиція у вигляді мікроемульсії за будь-яким із пп. 1-5, де концентрація тринексапак-етилену становить від 200 до 400 г/л.
7. Композиція у вигляді мікроемульсії за п. 6, де концентрація тринексапак-етилену становить від 225 до 300 г/л.
8. Композиція у вигляді мікроемульсії за будь-яким із пп. 1-7, де композиція додатково містить поверхнево-активні речовини, вибрані з алкоксилатів касторової олії.
- 20 9. Композиція у вигляді мікроемульсії за будь-яким із пп. 1-8, де композиція додатково містить від 400 до 600 г/л змішаного з водою розчинника.
10. Композиція у вигляді мікроемульсії за п. 9, де змішуваний із водою розчинник вибраний із амілового спирту або суміші на його основі.
- 25 11. Спосіб регуляції росту рослин, що включає нанесення на рослину композиції за будь-яким із пп. 1-10.
12. Спосіб за п. 11, де рослина вибрана із зернових культур.
13. Спосіб за п. 11, де рослина являє собою пшеницю або ячмінь.