(19) **RU** (11) **2 096 955** (13) **C1**

(51) МПК[6] **A 01 N 25/14**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 5010927/04, 31.01.1992

(30) Приоритет: 01.03.1991 US 07/662698

(46) Дата публикации: 27.11.1997

(56) Ссылки: PCT, заявка WO 89/00079, кл. B 01 J 2/20, 1989. US, патент N 3920442, кл. A 01 N 9/22, 1975. FR, заявка N 2650480, кл. A 01 N 25/14, 1991. EP, заявка N 0256608, кл. A 01 N 25/14, 1988.

(71) Заявитель:
Е.И.Дюпон де Немур энд Компани (US)

(72) Изобретатель: Лайонел Самуел Сэнделл[US]

(73) Патентообладатель:
Е.И.Дюпон де Немур энд Компани (US)

(54) ВОДОДИСПЕРГИРУЕМАЯ ГРАНУЛИРОВАННАЯ ПЕСТИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ, ПОЛУЧАЕМАЯ МЕТОДОМ ЭКСТРУЗИИ, И СПОСОБ ЕЕ ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Назначение: сельское хозяйство, химические средства защиты, гранулированные препаративные формы. Сущность изобретения: вододиспергируемые пестицидные гранулы по изобретению содержат, мас.%: активный ингредиент 0,1-80,0; диспергатор 0,1-20,0; смачиватель не более 2,0; дезинтегратор 0,1-2,0; связующее 0,1- 30,0; водорастворимый разбавитель до 100. Гранулы могут содержать также газовыделяющую систему. В качестве активного ингредиента гранула содержит преимущественно гербицид ряда сульфонилмочевин или фенилмочевины. В качестве связующего гранула содержит ПАВ на основе аддуктов оксида этилена с оксидом пропилена или динонилфенолом. Способ получения гранул состоит в экструзии премикса, включающего ингредиенты, входящие в гранулу, при 50-130 °C и давлении 20-3000 psi. 2 с. и 20 з.п. ф-лы, 9 табл.

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

(19) **RU** (11) **2 096 955** (13) **C1**

(51) Int. Cl.[6] **A 01 N 25/14**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 5010927/04, 31.01.1992

(30) Priority: 01.03.1991 US 07/662698

(46) Date of publication: 27.11.1997

(71) Applicant:
E.I.Djupon de Nemur ehnd Kompani (US)

(72) Inventor: Lajonel Samuel Sehndell[US]

(73) Proprietor:
E.I.Djupon de Nemur ehnd Kompani (US)

(54) WATER-DISPERSABLE GRANULATED PESTICIDE COMPOSITION PREPARED BY EXTRUSION METHOD AND A METHOD OF ITS PREPARING

(57) Abstract:

FIELD: agriculture, plant protection. SUBSTANCE: water-dispersable pesticide granules have, wt.-%: active component 0.1-80.0; disperser 0.1-20.0; wetting agent 2.0, not above; disintegrator 0.1-2.0; binding agent 0.1-30.0; water-soluble diluting agent up to 100. Granules can contain gas-evolving system. Active component: herbicide of sulfonylurea or phenylurea derivatives. Binding agent: surface-active substance based on adducts of ethylene oxide with propylene oxide or dinonylphenol. Method of granule preparing involves premix extrusion including granule-containing components at 50-130 C under pressure 20-3000 psi. EFFECT: improved method of preparing, improved quality of composition. 22 cl, 8 tbl

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

Изобретение относится к диспергируемым в воде гранулированным пестицидным композициям и способу их получения.

Такие диспергируемые композиции, включающие активные пестицидные компоненты, легко смешивающиеся с водой, удобны для использования при помощи распылительного устройства в очаге, подлежащем защите. При этом желательно, чтобы эти композиции легко растворялись или диспергировались в воде, были устойчивы к истиранию, имели однородный размер гранул и обладали однородной объемной плотностью.

Композиции, пригодные для сельскохозяйственных работ, в том числе и пестицидные композиции, обычно получают и выпускают в виде жидких или твердых концентратов. В последнее время особую популярность приобрели гранулированные композиции, которые имеют ряд преимуществ по сравнению с другими формами композиций, они, например, устойчивы при хранении и транспортировке. Водные суспензионные концентраты могут оседать или образовывать кристаллы при хранении, если активный ингредиент обладает достаточной растворимостью в воде. Кроме этого, водные суспензионные концентраты не пригодны при использовании активных ингредиентов, которые подвергаются водному гидролизу. В случае вододиспергируемых гранул эта проблема уменьшается. По сравнению со смачиваемыми порошками вододиспергируемые гранулы удобнее при работе вручную, легче измерять их количество, а также они образуют относительно мало пыли. Они не обладают кожной токсичностью и позволяют избежать проблем, связанных с запахом, которые возникают при работе с такими рецептурами на основе растворителей, как эмульсионные концентраты и органические суспензионные концентраты.

В ЕПВ N 0256608 описано использование термопластичных связующих ПАВ для получения вододиспергируемых пестицидных композиций. Вместе с пестицидами указанные ПАВ образуют вязкую массу, пригодную для экструдирования.

В патенте США N 4065289 раскрывается гербицидная композиция, содержащая минеральное удобрение и гербицид, которую подвергают экструдированию через матрицу при 70-145°С. Гербицидный компонент в этой композиции действует как смазочное вещество, способствующее экструзии и образованию когерентного экструдата.

В международной заявке WO 89/0079 описан способ получения диспергируемых в воде гранулированных пестицидных композиций путем смешения активного и вспомогательных компонентов, последующего экструдирования полученного премикса и измельчения полученного экструдата. В указанной заявке описаны композиции, включающие пестицид, ПАВ и водорастворимый твердый разбавитель.

Описанные в этой заявке композиции и способ их получения являются наиболее близкими к предлагаемым согласно настоящему изобретению. В указанной заявке WO 89/0079 раскрывается улучшенный способ экструзии, предусматривающий использование аппарата для вальцевания, а не режущего устройства, с целью измельчения экструдата до образования гранул и раскрывается широкий диапазон потенциальных ингредиентов, включая и те, которые могут быть включены и в композицию настоящего изобретения. Однако не указывается, как выбирать ингредиенты, чтобы получить композицию, которую можно было бы экструдировать без добавления и последующего удаления воды. В упомянутой заявке лишь указывается на то, что ингредиенты должны быть в такой форме, которая бы позволила их экструдировать, а также на необходимость добавления воды. Далее указывается на то, что при необходимости проводят сушку, но отсутствует конкретный пример или указание на то, как получить состав, который бы не требовал сушки. Сушка предпочтительна, если содержание воды в грануле составляет менее 0,5% Однако указывается, что использование воды является необходимым условием для получения композиции, пригодной для экструзии, то есть сушка является необходимой стадией. Как хорошо известно любому специалисту в данной области, это делается прежде всего потому, что состав при отсутствии сушки довольно влажный и не пригоден для экструдирования, а при хранении слеживается и отвердевает, теряя таким образом свою способность диспергироваться. Кроме того, не указывается ни на одно конкретное преимущество отсутствия процесса сушки.

Таким образом, все композиции, известные ранее, либо не пригодны для экструзии, либо требуют предварительной стадии сушки.

В отличие от известных пестицидных композиций предложенная пестицидная вододиспергируемая гранулированная композиция обладает ценными свойствами и значительными преимуществами, такими как, например, быстрая дезинтеграция в воде, высокая устойчивость к истиранию, значительное упрощение процесса получения с применением выпускаемого промышленностью оборудования для экструзии, отсутствие необходимости в применении оборудования для сушки и отбора пыли и так далее.

Предлагаемая согласно настоящему изобретению вододиспергируемая гранулированная пестицидная композиция, получаемая методом экструзии, включающая активный ингредиент, ПАВ и водорастворимый твердый разбавитель, в качестве ПАВ содержит диспергатор и смачиватель, в качестве водорастворимого твердого разбавителя вещество, выбранное из группы: мочевина, сорбит, лактоза, этилмочевина, поливиниловый спирт, гидроксиэтилцеллюлоза, тригидрат ацетата натрия; и дополнительно содержит водорастворимое термоактивированное связующее на основе аддуктов оксида этилена с оксидом пропилена, или алкилфенолами, или жирными кислотами, или жирными спиртами, или полиэтиленгликоля, плавящееся при 40-120 °С, и дезинтегратор, гидрофильный или набухающий в воде, выбранный из группы: крахмал, поперечносшитый поливинилпирролидон, микрокристаллическая целлюлоза, поперечносшитая

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

натрийкарбоксиметилцеллюлоза, крахмал, модифицированный гликолятом натрия, соевый полисахарид при следующем массовом соотношении компонентов, мас.

Активный ингредиент 0,1-80,0
Диспергатор 0,1-20,0
Смачиватель, не более 2,0
Дезинтегратор 0,1-2,0
Связующее 0,1-30,0
Разбавитель Остальное

Композиция может дополнительно содержать газовыделяющую систему, состоящую из лимонной кислоты и карбоната щелочного металла 2,0-20,0% от общий массы композиции.

Преимущественно композиция содержит, мас. активный ингредиент 14-62, термоактивированное связующее 1,0-10,0.

При этом преимущественно композиция содержит вышеуказанную газовыделяющую композицию, в качестве дезинтегратора сшитый поливинилпирролидон или сшитую натрийкарбоксиметилцеллюлозу, и обычно в качестве диспергатора содержит конденсат нафталинсульфоната и формальдегида.

Обычно в качестве термоактивированного связующего композиция содержит сополимер оксидов этилена и пропилена с 80% этиленоксида и 20% пропиленоксида или полиэтоксилированный динонилфенол, содержащий 150 звеньев оксида этилена, в качестве водорастворимого разбавителя содержит мочевину, или сорбит, или лактозу, или этиленмочевину, или тригидрат ацетата натрия, преимущественно мочевину или сорбит; и в качестве активного ингредиента содержит N'(3,4-дихлорфенил)-N, N-диметилмочевину или 3-циклогексил-6-диметиламино-1-метил-1,3,5-триазин-2,4-(1H, 3H)дион (гексазинон).

Наиболее предпочтительными активными ингредиентами композиции являются вещества, выбранные из группы:

метил-2-[[[[(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)амино] карбонил] -амино]сульфонил]бензоат,

метил-2-[[[[(4,6-диметил-2-пиримидинил)амино] карбонил]амино]сульфонил]- бензоат,

метил-3-[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино] карбонил] -амино]сульфонил]-2-тиофенкарбоксилат,

2-хлор-N-[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]- бензолсульфонамид,

этил-2-[[[[(4-хлор-6-метокси-2-пиримидинил)амино] карбонил]-амино]-сульфонил]бензоат,

2-[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] амино] сульфонил]-N, N-диметил-3-пиридинкарбоксамид,

метил-2-[[[[(4-этокси-6-(метиламино)-1,3,5-триазин-2-ил)амино] - карбонил]амино]сульфонил]бензоат,

метил-2-[[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-N-метиламино]- карбонил]амино]сульфонил]бензоат,

метил-2-[[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил) амино] карбонил]-амино]- сульфонил]метил]бензоат,

N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] -3-(этилсульфонил)-2-пиридинсульфонамид,

метил-2-[[[[[4, 6-бис(дифторметокси)-2-пиримидинил] амино] карбонил] - амино]сульфонил]бензоат,

2-(2-хлорэтокси)-N-[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил) аминокарбонил]бензолсульфонамид,

этил-5-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]- сульфонил] -1-метил-1H-пиразол-4-карбоксилат,

N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] -1-метил-4-(2-метил-2H-тетразол-5-ил)-1H-пиразол-5-сульфонамид,

карбендазим,

гексазинон.

С целью получения вододиспергируемых гранул, готовых к использованию, их обычно разбавляют в смесительном резервуаре, содержащем воду, с получением раствора или дисперсии, которые можно распылять. Диспергированные частицы, образовавшиеся при разбавлении, должны иметь максимальный размер не выше 50 мкм, чтобы не происходило закупорки распылительной форсунки или преждевременного оседания, что приводит к неравномерному нанесению пестицида. Поэтому необходимо, чтобы все компоненты полученного премикса быстро и полностью диспергировались или растворялись в разбавляющей воде.

Традиционные способы приготовления вододиспергируемых гранулированных композиций включают: (1) опрыскивание водой в псевдоожиженном слое или гранулирование в чане, (2) сушку распылением, (3) сухое уплотнение, и (4) экструдирование увлажненной водой пасты. Гранулы, приготовленные грануляцией в псевдоожиженном слое, в чане или распылительной сушкой, должны быть сформированы таким образом, чтобы они быстро диспергировались при разбавлении водой. Однако такие процессы требуют использования специальной технологии, включающей системы для интенсивного сбора пыли, а также применения дорогостоящей операции сушки с использованием объемного оборудования. Стадии сухого уплотнения и экструзии обычно не обеспечивают получения быстродиспергируемых гранул, а экструдирование во влажном состоянии также требует операции сушки.

Согласно изобретению предлагается способ получения вододиспергируемой гранулированной пестицидной композиции, включающий смешивание активного и вспомогательных ингредиентов и последующую экструзию полученного премикса, заключается в том, что экструзии через матрицу или сито подвергают премикс состава, мас.

Активный ингредиент 0,1-80,0
Диспергатор 0,1-20,0
Смачиватель, не более 2,0
Дезинтегратор 0,1-2,0
Связующее 0,1-30,0
Водорастворимый твердый разбавитель Остальное

содержащий в качестве дезинтегратора вещество, выбранное из группы: крахмал, поперечносшитый поливинилпирролидон, микрокристаллическая целлюлоза, поперечносшитая натрийкарбоксиметилцеллюлоза, крахмал, модифицированный гликолятом натрия, соевый полисахарид, а в качестве связующего - водорастворимый аддукт оксида этилена и оксида пропилена, или

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

алкилфенола, или жирной кислоты, или жирного спирта, плавящийся при 40 120 °С, в качестве водорастворимого твердого разбавителя вещество, выбранное из группы: мочевина, сорбит, лактоза, этилмочевина, поливиниловый спирт, гидроксиэтилцеллюлоза, тригидрат ацетата натрия, и процесс ведут при 50-130 °С и давлении 20-3000 psi с последующим крошением и размалыванием экструдата.

Преимущественно экструзии подвергают премикс, содержащий дополнительно 2-20 мас. газовыделяющей системы на основе лимонной кислоты и карбоната щелочного металла.

Обычно экструзии подвергают премикс, содержащий 14-62 мас. активного ингредиента и 1,0-10, мас. связующего, используя, как правило, для экструзии премикс, содержащий в качестве дезинтегратора сшитый поливинилпирролидон или сшитую натрийкарбоксиметилцеллюлозу, либо, содержащий в качестве диспергатора конденсат нафталинсульфоната и формальдегида, или сополимер оксидов этилена и пропилена с 80% этиленоксида и 20% пропиленоксида или полиэтоксилированный динонилфенол с 150 звеньями оксида этилена, и содержащий в качестве водорастворимого твердого разбавителя мочевину, или сорбит, или лактозу, или этиленмочевину, или тригидрат ацетата натрия, преимущественно мочевину или сорбит, а в качестве активного ингредиента N'-(3,4-дихлорфенил)-N, N-диметилмочевину, либо содержащий в качестве активного ингредиента 3-циклогексил-6-диметиламино-1-метил-1,3,5-триазин-2,4-(1Н,3Н)- дион(гексазинон).

Предпочтительно использовать для экструзии премикс, содержащий в качестве активного ингредиента вещество, выбранное из группы:

метил-2-[[[[(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)амино] карбонил] -амино]сульфонил]бензоат,

метил-2-[[[[(4,6-диметил-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]- сульфонил] бензоат,

метил-3-[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино] карбонил] -амино]сульфонил]-2-тиофенкарбоксилат,

2-хлор-N-[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]- бензолсульфонамид,

этил-2-[[[[(4-хлор-6-метокси-2-пиримидинил)амино] карбонил]амино]- сульфонил]бензоат,

2-[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] амино] сульфонил]-N, N-диметил-3-пиридинкарбоксамид,

метил-2-[[[[(4-этокси-6-(метиламино)-1,3,5-триазин-2-ил)амино] -карбонил]амино]сульфонил]бензоат,

метил-2-[[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-N-метиламино]- карбонил]амино]сульфонил]бензоат,

метил-2-[[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]- сульфонил]метил]бензоат,

N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] -3-(этилсульфонил)-2-пиридинсульфонамид,

метил-2-[[[[[4,6-бис(дифторметокси)-2-пиримидинил] амино]карбонил]- амино]сульфонил]бензоат,

2-(2-хлорэтокси)-N-[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)- аминокарбонил]бензолсульфонамид,

этил-5-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино] карбонил]амино] сульфонил] -1-метил-1Н-пиразол-4-карбоксилат,

N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] -1-метил-4- (2-метил-2Н-тетразол-5-ил)-1Н-пиразол-5-сульфонамид,

карбендазим,

гексазинон.

Предлагаемые композиции, полученные экструдированием сухого премикса через матрицу или сито при повышенной температуре, далее подвергают крошению или размалыванию экструдата с образованием однородных гранул. Преимуществом таких термоэкструдированных гранулированных композиций является (1) быстрая дезинтеграция и хорошая диспергируемость в воде, (2) хорошая устойчивость к истиранию, (3) более однородный размер и насыпной вес, чем в случае гранул, полученных грануляцией в чане и псевдоожиженном слое, или другими способами обработкой в барабане, как, например, вращением в барабане-грануляторе, (4) путем обычного экструдирования с использованием выпускаемого промышленностью экструдирующего оборудования и (6) отсутствие необходимости в применении оборудования для сушки или сбора пыли.

Более подробно композиции настоящего изобретения готовят следующим образом. Способный к экструдированию премикс готовят смешиванием частиц пестицида с одним или более водорастворимым разбавителем, и предпочтительно с одним или более водорастворимыми термоактивированными связующими агентами, которые размягчаются или плавятся в желаемом температурном интервале. Другими компонентами, включенными в премикс, являются дезинтеграторы, вызывающие набухание или поглощение, а также один или более диспергатор, смачиватель. Могут добавляться также другие присадки, как газовыделяющие агенты, противоспекающие агенты, химические стабилизаторы и инертные наполнители.

Способ настоящего изобретения включает экструдирование сухого премикса, содержащего вышеуказанные компоненты в вышеуказанном соотношении.

Предпочтительные воплощения способа настоящего изобретения указаны выше. Обычно процесс ведут в температурном интервале 75-115°С.

Предварительную смесь (премикс) смешивают и размалывают до среднего диаметра частиц 1-50 мкм. Обычно премикс подают в экструдер, нагреваемый с помощью электричества, пара или другими традиционными способами. Подходящие экструдеры включают аксиальные и радиальные конструкции с одним или двумя шнеками и экструзионными прессами вальцевого типа. В некоторых типах экструзионного оборудования, например, в Калифорнийской грануляционной мельнице, тепло выделяется за счет трения. Другие средства для нагрева премикса могут

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

включать его предварительный нагрев перед экструзией или нагрев индивидуальных компонентов премикса перед смешиванием. Предварительную смесь нагревают до или выдерживают при температуре в интервале 50-130°С, предпочтительно 75-115°С. Оптимальная температура изменяется в зависимости от состава и может быть определена эмпирически.

Нагретый премикс экструдируют через матрицу или сито. Диаметр отверстий матрицы составляет 0,25-7 мкм, предпочтительно 0,4-2 мкм. В зависимости от состава и типа используемого экструдера экструдированный материал может подвергаться рециркуляции до получения волокон однородной текстуры. Обычно экструдированному материалу дают охлаждаться до затвердевания и понижения вязкости, хотя в этом может и не быть необходимости. Волокна подвергают крошению, размалывают или вальцуют, и затем пропускают через сито до образования гранул размером 60 меш США. Может выбираться более узкий интервал размера частиц при разрезании. В некоторых случаях волокна могут оказаться достаточно хрупкими и они разрушаются сами по себе на более короткие нити.

Активный ингредиент должен быть химически устойчивым в интервале температур экструзии и выбирается в зависимости от обрабатываемых культур. Примеры подходящих активных ингредиентов приведены в табл. 1.

Композиции настоящего изобретения содержат по крайней мере один водорастворимый твердый разбавитель, указанный выше, который плавится или размягчается при повышенной температуре и является основой экструдата. Было установлено, что в некоторых случаях подходящий водорастворимый разбавитель может иметь значительно более высокую точку плавления, чем температура экструзии и, несмотря на это, выполнять функции эффективного экструдата. По-видимому такие вещества образуют низкоплавкую эвтектическую смесь с другими растворимыми ингредиентами композиции. Так, например, мочевина имеет температуру плавления 133 °С, которая выше обычной температуры экструдирования. Нафталинсульфонаты и их конденсаты, которые хорошо известны в данной области в качестве диспергаторов и смачивающих агентов для сельскохозяйственных рецептур, не имеют точки плавления. Однако смесь двух таких веществ в присутствии остаточной влаги, размягчается при температуре всего лишь 80 °С, делая мочевину эффективным экструзионным средством.

Композиции настоящего изобретения включают также термоактивированное связующее вещество. Водорастворимое термоактивированное связующее вещество (НАВ) указано выше и представляет собой твердое поверхностно-активное вещество, которое быстро растворяется в воде, обладает некоторой вязкостью в области температуры плавления и способно выполнять функции связующего вещества и экструзионного средства при применении тепла. При повышенной температуре связующее вещество размягчается и плавится, вследствие чего становится достаточно клейким для того, чтобы связывать частицы пестицида в более крупные агрегаты. Теоретически предполагается, что размягченный или расплавленный НАВ может также выполнять функции пластического или высокоэластичного смазочного средства, позволяющего композиции легче экструдироваться через матрицу или сито. Предпочтительный интервал температур плавления для НАВ составляет 45-100°С.

Композиция содержит также дезинтеграторы, указанные выше, которые набухают в воде и физически расширяются, что приводит к разрыву гранул.

Диспергаторы необходимы для облегчения диспергирования активного ингредиента в воде. Примерами подходящих диспергаторов, не ограничивающих сферу изобретения, могут служить натриевые и аммониевые соли конденсатов нафталинсульфоната и формальдегида; натриевые, кальциевые и аммониевые соли лигносульфонатов (необязательно полиэтоксилированные); натриевые и аммониевые соли сополимеров малеинового ангидрида и натриевые соли конденсированной фенолсульфокислоты.

Необязательные добавки включают:

(1) Противослеживающие агенты для предотвращения комкования гранул при хранении в горячих условиях складирования. Примеры таких веществ, не ограничивающие сферу изобретения, включают натрий и аммоний фосфаты, карбонат натрия и бикарбонат натрия, ацетат натрия, метасиликат натрия, сульфаты магния, цинка и кальция, гидроксид магния (все могут быть в виде гидратов), безводный хлористый кальций, молекулярные сита, алкилсульфосукцинаты натрия, оксиды кальция и бария.

(2) Химические стабилизаторы служат для предотвращения разложения активных агентов при хранении. Примерами подходящих химических стабилизаторов, не ограничивающими изобретение, могут служит сульфаты щелочноземельных и переходных металлов, таких как магний, цинк, алюминий и железо; гексаметафосфат натрия, хлористый кальций и борный ангидрид.

(3) Газовыделяющие дезинтеграторы служат для более быстрого разрушения гранулы в воде. Примерами газогенерирующих присадок, не ограничивающими изобретение, могут служить смеси бикарбонатов и карбонатов натрия и калия с такими кислотами, как лимонная и фумаровая.

(4) Смачивающие агенты улучшают скорость смачивания при смешивании с водой. Неограничивающими примерами подходящих анионных смачивающих агентов могут служить натриевые соли алкилнафталинсульфонатов, алкилбензолсульфонатов, алкилсульфосукцинатов, таураты, алкилсульфаты и фосфаты. Примеры подходящих неионных смачивающих агентов включают ацетиленовые диолы и алкилфенолэтоксилаты.

(5) Инертные наполнители, включают известные в данной области неорганические наполнители, но не ограничиваются ими.

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

Примерами таких веществ могут служить набухающие и ненабухающие глины, синтетические и диатомовые оксиды кремния, силикаты кальция и магния, диоксид титана, оксиды алюминия, кальция и цинка, карбонат кальция и магния, сульфаты аммония, натрия, калия, кальция и бария, древесный уголь.

Гранулы настоящего изобретения легко разрываются и образуют высококачественную дисперсию в воде, что подтверждается Седиментационным тестом в длинной трубке, описанным в патенте США 3920442 (строки 1-38). Приемлемыми значениями Седиментационного теста являются величины 0,02 мл, предпочтительно 0,01 мл, твердых веществ через 5 мин оседания. Такие гранулы должны обладать низкими характеристиками истирания, которые могут быть определены испытанием на истирание согласно строкам 5-48 патента США N 3920442. Такое испытание модифицировали для использования испытательных образцов с соответствующим размером гранул (например, 14-20 меш США). Приемлемыми являются величины истирания менее 40% предпочтительно менее 30%

Следующие ниже примеры представлены для иллюстрации изобретения, но не ограничивают его объем, приведены в табл. 2-8.

Пример 1.

150 мг премикса готовили из ингредиентов, перечисленных в табл. 3. Такие ингредиенты смешивали и затем пропускали через микропульверизаторную молотковую мельницу. Размолотый премикс медленно добавляли в 1-дюймовый одношнековый экструдер Вайна с соотношением L/D 25:1. Такой экструдер имел три зоны электрического нагрева, а также бочку и ленточный нагреватель для матрицы. В бочке и матрице поддерживают как можно более однородный температурный профиль. В конце бочки устанавливали механический или электронный индикатор давления для измерения гидравлического давления вблизи матрицы.

Премикс экструдировали через матрицу, содержащую кругообразно размещенные отверстия 8x1 мм. Экструдату давали охлаждаться в течение нескольких минут, затем его крошили в небольшом пищевом процессоре и пропускали через сито с получением отрезков с ситовым размером США 14-85.

Интервал температур в экструдере 87-91 °C.

Интервал гидравлического давления 0-50 фунтов/дюйм^2.

Пример 2.

Повторяли методику примера 1 с использованием премикса, приведенного в табл. 4.

Матрица имела 6x1 мм отверстия, сделанные в шестигранной форме.

Интервал температур экструзии 88-94°C

Интервал гидравлического давления 0-1000 фунт/дюйм^2

Пример 3.

Повторяли методику, описанную в примере 2, с использованием премикса, приведенного в табл. 5.

Интервал температуры экструзии 88-94°C.

Интервал гидравлического давления 300-500 фунт/дюйм^2.

Скорость вращения шнека 26 об/мин.

Пример 4.

Повторяли методику примера 2 с использованием премикса, приведенного в табл. 6

Интервал температуры экструзии 86-91°C.

Интервал гидравлического давления 100-300 фунт/дюйм^2.

Скорость вращения шнека 26 об/мин.

Пример 5.

Повторяли методику примера 2 с использованием премикса, приведенного в табл. 7.

Температура экструдирования 84-92 °C.

Гидравлические давление 100-300 фунт/дюйм^2.

Скорость вращения шнека 30 об/мин.

Пример 6.

Повторяли методику примера 2 с использованием премикса, приведенного в табл. 8, 200 г такого премикса готовили для экструдирования.

Температура экструдирования 84-87 °C.

Скорость вращения шнека 30 об/мин.

Пример 7.

Повторяют методику и рецепт примера 5 с той лишь разницей, что в каждом случае используют соединения от A до O, заменяя метил-2-[[[[(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)амино] -карбонил] амино] -сульфонил]бензоат в количестве 52% в качестве активного ингредиента:

A)
метил-2-[[[[(4,6-диметил-2-пиримидинил)амино] карбонил] амино]сульфонил]бензоат,

B)
метил-3-[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино] карбо- нил] амино]сульфонил]-2-тиофенкарбоксилат,

C)
2-хлор-N-[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино] - карбонил] бензолсульфонамид,

D)
этил-2-[[[[(4-хлор-6-метокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] - амино] сульфонил]бензоат,

E)
2-[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]- сульфонил] -N,N-диметил-3-пиридинкарбоксамид,

F)
метил-2-[[[[4-этокси-6-метиламино-1,3,5-триазин-2-ил)амино] - карбонил]амино]сульфонил]бензоат,

G)
метил-2-[[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-N- метиламино] карбонил]амино]сульфонил]бензоат,

H)
метил-2-[[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]- амино]сульфонил]метил]бензоат,

I)
N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]-3- (этилсульфонил)-2-пиридинсульфонамид,

J)
метил-2-[[[[[4,6-бис(дифторметокси)-2-пиримидинил] амино]- карбонил] амино]сульфонил]бензоат,

K)
2-(2-хлорэтокси)-N-[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил) аминокарбонил]бензолсульфонамид,

L)

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

этил-5-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]-амино]сульфонил]-1-метил-1Н-пиразол-4-карбоксилат,

M) N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]-1-метил-4-(2-метил-2Н-тетразол-5-ил)-1Н-пиразол-5-сульфонамид,

N) карбендазим,

O) гексазинон.

Пример 8.

Используя нижеприведенную композицию с использованием составов 8a-8e проводили горячее экструдирование, получая вододиспергируемые гранулы с об. массой в пределах 39-40 фунт/фут^3, мас.

Диурон технический 62,4

Ломар PWA 10,0

Морвет EFW 2,0

Термоактивированное связующее 5,0

Дезинтегратор 2,0

Водорастворимый разбавитель 18,6

8a) Термоактивированное связующее полиэтиленгликоль (среднечисл. мол.масса 8000)

Дезинтегратор крахмал

Водорастворимый разбавитель гидроксиэтилцеллюлоза

8b) Термоактивированное связующее дистеарат ПЭГ 600 (полиэтоксилированная жирная кислота)

Дезинтегратор микрокристаллическая целлюлоза

Водорастворимый разбавитель лактоза

8c) Термоактивированное связующее тридециловый спирт со 100 этоксилированными моль (полиэтоксилированный спирт)

Дезинтегратор поперечно-сшитая карбоксиметилцеллюлоза

Водорастворимый разбавитель этилмочевина

8d) Термоактивированное связующее полиэтиленгликоль (среднечисл. мол.масса 8000)

Дезинтегратор гликолят натрия (крахмала)

Водорастворимый разбавитель поливиниловый спирт

8e) Термоактивированное связующее дистеарат ПЭГ 6000 (полиэтоксилированная жирная кислота)

Дезинтегратор соевый полисахарид

Водорастворимый разбавитель тригидрат ацетата натрия.

Указанные ниже эксперименты были проведены согласно способу, описанному в примере 1, с той лишь разницей, что вместо микропульверизирующей молотковой мельницы использовалась CRC мельница, а вместо матрицы, содержащей восемь 1-миллиметровых отверстий, использовалась матрица с восемью 1,5-миллиметровыми отверстиями.

Агример® ATF является дезинтегратором на основе сшитого поливинилпирролидона. Остальные компоненты определены в описании.

Пример 9.

Интервал температур в экструдере 91-93 °C.

Интервал гидравлического давления 430-890 фунт/дюйм^2.

Состав премикса, мас.

Диурон технический 0,1 (активный)

Макол® DNP-150 30,0 (термоактивированный связующий агент)

Агример® ATF 0,10 (дезинтегратор)

Ломар® PW 0,10 (диспергент)

Мочевина 69,79 (водорастворимый разбавитель)

Свойства гранул

Насыпной вес 42,9 фунт/фут^3

Пример 10.

Повторяли методику примера 9 при интервале температур экструзии 51-52°C и гидравлического давления 1460-2860 фунт/дюйм^2. Насыпной вес полученных гранул составил 40,9 фунт/фут^3.

Пример II.

Методику примера 9 повторяли при интервале температур экструзии 133-137°C и гидравлического давления 20-60 фунт/дюйм^2. Насыпной вес полученных гранул составил 40,5 фунт/фут^3.

Пример 12.

Температура в экструдере 83°C.

Интервал гидравлического давления 40-130 фунт/дюйм^2.

Состав премикса, мас.

Диурон технический 14,0 (активный)

Макол 1,0 (термоактивированный связующий агент)

Мордвет EPW 5,0 (смачивающий агент)

Агример AFT 10,0 (дезинтегратор)

Ломар PW 20,0 (диспергент)

Карбонат натрия 10,0 (газогенерирующий дезинтегратор)

Лимонная кислота 10,0 (газогенерирующий дезинтегратор)

Мочевина 30,0 (водорастворимый разбавитель)

Свойства гранул

Насыпной вес 35,8 фунт/фут^3

Пример 13.

Интервал температур в экструдере 91-92 °C.

Интервал гидравлического давления 40-320 фунт/дюйм^2.

Состав премикса, мас.

Диурон технический 80,0 (активный)

Макол® DNP-150 18,8 (термоактивированный связующий агент)

Агример® ATF 0,10 (дезинтегратор)

Ломар® PW 0,10 (диспергент)

Мочевина 1,0 (водорастворимый разбавитель)

Свойства гранул

Насыпной вес 46,4 фунт/фут^3

Гранулированные композиции настоящего изобретения эквивалентны гранулированными композициями прототипа (полученных мокрым гранулированием, а не экструзией) по способности диспергироваться в воде. Однако композиции, полученные мокрым гранулированием, должны быть высушены, что, в свою очередь, создает необходимость использования дорогого оборудования для сушки, а также сборников пыли. Настоящее изобретение не имеет таких недостатков. По сравнению с другими гранулированными композициями, полученными экструдированием, гранулированные композиции настоящего изобретения обладают преимуществами в отношении диспергируемости. Ниже приводятся сравнительные данные.

Сравнение настоящего изобретения с

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

патентом WO/00079 и патентом США N 4065289

Для каждого состава, приведенного в табл.9, премикс смешивался, размалывался на CRC и вновь перемешивался перед экструдированием.

Композиция из патента США N 4065289 (пример 1).

Этот премикс экструдировали через фильеру при требуемой температуре 93°C. Вещество забивало поверхность фильеры и давление становилось избыточным. Температурный профиль увеличивался (температура фильеры 100°C), а сама фильера оставалась забитой. То есть, состав не способен экструдироваться.

Был испытан состав с использованием 15% Линурона и 85% образцов мочевины, и здесь при 93°C, кручении и избыточном давлении также невозможно было осуществить экструзию.

Композиция из WO/00079 (пример 1).

Этот состав невозможно было экструдировать ни при низкой температуре 50 °C, ни при высокой температуре 145°C. Премикс пропускался очень мало, но что более важно, испытуемое вещество осаждалось и забивало поверхность фильеры.

Сравнение из WO/00079 (пример 3).

При низкой температуре 50°C вещество не поддается экструзии. Как кручение, так и давление были экстремально высокими. При более высокой температуре 145°C вещество разделяется на фазы, а поверхность фильеры остается забитой.

Формула изобретения:

1. Вододиспергируемая гранулированная пестицидная композиция, получаемая методом экструзии, включающая активный ингредиент, ПАВ и водорастворимый твердый разбавитель, отличающаяся тем, что в качестве ПАВ содержит диспергатор и смачиватель, а в качестве водорастворимого твердого разбавителя вещество, выбранное из группы мочевина, сорбит, лактоза, этилмочевина, поливиниловый спирт, гидроксиэтилцеллюлоза, тригидрат ацетата натрия, и дополнительно содержит водорастворимое термоактивированное связующее на основе аддуктов оксида этилена с оксидом пропилена, или алкилфенолами, или жирными кислотами, или жирными спиртами, или полиэтиленгликоль, плавящееся при температуре 40 120 °C, и дезинтегратор, гидрофильный или набухающий в воде, выбранный из группы крахмал, поперечно сшитый поливинилпирролидон, микрокристаллическая целлюлоза, поперечно сшитая натрийкарбоксиметилцеллюлоза, крахмал, модифицированный гликолятом натрия, соевый полисахарид при следующем массовом соотношении компонентов, мас.

Активный ингредиент 0,1 80,0
Диспергатор 0,1 20,0
Смачиватель Не более 2,0
Дезинтегратор 0,1 2,0
Связующее 0,1 30,0
Разбавитель Остальное

2. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что дополнительно содержит газовыделяющую систему из комбинации лимонной кислоты и карбоната щелочного металла 2,0 20,0% от общего веса композиции.

3. Композиция по пп. 1 и 2, отличающаяся тем, что содержит, мас.

Активный ингредиент 14 62
Термоактивированное связующее 1,0 10,0

4. Композиция по пп. 2 и 3, отличающаяся тем, что содержит в качестве дезинтегратора сшитый поливинилпирролидон или сшитый натрийкарбоксиметилцеллюлозу.

5. Композиция по пп. 2 4, отличающаяся тем, что содержит в качестве диспергатора конденсат нафталинсульфоната и формальдегида.

6. Композиция по пп. 3 5, отличающаяся тем, что в качестве термоактивного связующего содержит сополимер оксидов этилена и пропилена с 80% этиленоксида и 20% пропиленоксида или полиэтоксилированный динонилфенол, содержащий 150 звеньев оксида этилена.

7. Композиция по пп. 3 6, отличающаяся тем, что в качестве водорастворимого разбавителя содержит мочевину, или сорбит, или лактозу, или этилмочевину, или тригидрат ацетата натрия.

8. Композиция по п.7, отличающаяся тем, что в качестве водорастворимого разбавителя содержит мочевину или сорбит.

9. Композиция по п.8, отличающаяся тем, что в качестве активного ингредиента содержит N' (3,4-дихлорфенил)-N,N-диметилмочевину.

10. Композиция по п.8, отличающаяся тем, что в качестве активного ингредиента содержит 3-циклогексил-6-диметиламино-1-метил-1,3,5-триазин-2,4-(1H,3H)дион (гексазинон).

11. Композиция по пп. 2 и 8, отличающаяся тем, что в качестве активного ингредиента содержит вещество, выбранное из группы:
метил-2-[[[[(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)амино] карбонил] амино]сульфонил]бензоат,
метил-2-[[[[(4,6-диметил-2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]сульфонил]бензоат,
метил-3 -[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил] амино]сульфонил] -2-тиофенкарбоксилат, 2-хлор-N-[[(4-метокси -6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-амино] карбонил] бензолсульфонамид,
этил-2-[[[[(4-хлор-6-метокси-2-пиримидинил)амино] карбонил] амино] сульфонил]бензоат,
2-[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил) амино]карбонил]амино]сульфонил]-N,N-диметил-3 -пиридинкарбоксамид,
метил-2-[[[[(4-этокси-6-(метиламино)-1,3,5 -триазин-2-ил)амино] карбонил] амино]сульфонил]бензоат, метил-2 -[[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил) -N-метиламино] карбонил] амино] сульфонил] бензоат, метил-2-[[[[[(4,6-диметокси -2-пиримидинил)амино]карбонил]амино]сульфонил]метил]бензоат, N- [[(4,6- диметокси -2-пиримидинил) амино] карбонил] -3 -(этилсульфонил)-2-пиридинсульфонамид,
метил-2-[[[[[(4,6-бис (дифторметокси)-2-пиримидинил] амино]карбонил] амино]сульфонил] бензоат,
2-(2-хлорэтокси)-N-[(4-метокси-6-метил-1,3,5 -триазин-2-ил)амино-карбонил] бензолсульфонамид, этил-5-[[[(4,6 -диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

амино]сульфонил]-1
-метил-1Н-пиразол-4-карбоксилат,
N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)
амино]карбонил]-1-метил-4-(2-метил-2Н-тетра
зол-5-ил) -1Н-пиразол-5-сульфонамид,
карбендазим, гексазинон.

12. Способ получения вододиспергируемой гранулированной пестицидной композиции, включающий смешивание активного и вспомогательных ингредиентов и последующую экструзию полученного премикса, отличающийся тем, что экструзии через матрицу или сито подвергают премикс состава, мас.

Активный ингредиент 0,1 80,0
Диспергатор 0,1 20,0
Смачиватель Не более 2,0
Дезинтегратор 0,1 2,0
Связующее 0,1 30,0
Водорастворимый твердый разбавитель Остальное

содержащий в качестве дезинтегратора вещество, выбранное из группы - крахмал, поперечно сшитый поливинилпирролидон, микрокристаллическая целлюлоза, поперечно сшитая натрийкарбоксиметилцеллюлоза, крахмал, модифицированный гликолятом натрия, соевый полисахарид, а в качестве связующего - водорастворимый аддукт оксида этилена и оксида пропилена, или алкилфенола, или жирной кислоты, или жирного спирта, плавящийся при температуре 40 120°С, в качестве водорастворимого твердого разбавителя вещество, выбранное из группы мочевина, сорбит, лактоза, этилмочевина, поливиниловый спирт, гидроксиэтилцеллюлоза, тригидрат ацетата натрия, и процесс ведут при температуре 50 130°С и давлении 20 3000 psi с последующим крошением и размалыванием экструдата.

13. Способ по п.12, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий дополнительно 2 20 мас. газовыделяющей системы на основе лимонной кислоты и карбоната щелочного металла.

14. Способ по пп. 12 и 13, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий 14 62 мас. активного ингредиента и 1,0 10,0 мас. связующего.

15. Способ по пп. 12 и 13, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве дезинтегратора сшитый поливинилпирролидон или сшитую натрийкарбоксиметилцеллюлозу.

16. Способ по п.14, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве диспергатора конденсат нафталинсульфоната и формальдегида.

17. Способ по п.14, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве связующего сополимер оксидов этилена и пропилена с 80% этиленоксида и 20% пропиленоксида или полиэтоксилированный динонилфенол, с 150 звеньями оксида этилена.

18. Способ по п.17, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве водорастворимого твердого разбавителя мочевину, или сорбит, или лактозу, или этиленмочевину, или тригидрат ацетата натрия.

19. Способ по п.18, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве водорастворимого твердого разбавителя мочевину или сорбит.

20. Способ по п.19, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве активного ингредиента N'-(3,4-дихлорфенил)-N,N-диметилмочевину.

21. Способ по п.19, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве активного ингредиента 3-циклогексил-6-диметиламино
-1-метил-1,3,5-триазин-2,4-(1Н,
3Н)-дион(гексазинон).

22. Способ по пп. 13 и 19, отличающийся тем, что экструзии подвергают премикс, содержащий в качестве активного ингредиента вещество, выбранное из группы: метил-2
-[[[[(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)ам
ино]-карбонил] амино]сульфонил]бензоат,
метил-2-[[[[(4,6-диметил-2-пиримидинил)
амино]карбонил] амино] сульфонил] бензоат,
метил-3-[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-
2-ил)амино]
-карбонил]амино]сульфонил]-2-тиофенкарбок
силат, 2-хлор-N
-[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин
-2-ил)-амино] карбонил]бензолсульфонамид,
этил-2-[[[[(4-хлор-6-метокси-2
-пиримидинил)амино]карбонил]амино]сульфо
нил] бензоат,
2-[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]
карбонил]амино]-
сульфонил]-N,N-диметил-3-пиридинкабоксами
д, метил-2-[[[[(4
-этокси-6-(метиламино)-1,3,5-триазин-2-ил)-ам
ино] карбонил] амино]сульфонил]бензоат,
метил-2-[[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триази
н-2-ил)-N-метил-амино]карбонил] амино]
сульфонил] бензоат,
метил-2-[[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)-ам
ино] карбонил] амино] сульфонил] метил]
бензоат,
N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]
карбонил]
-3-(этилсульфонил)-2-пиридинсульфонамид,
метил-2-[[[[[(4,6-бис(дифторметокси)-2-пирими
динил)амино] -карбонил] ам- ино]сульфонил]
бензоат,
2-(2-хлорэтокси)-N-[4-метокси-6-метил-1,3,5-т
риазин-2-ил)аминокарбони- л]
бензолсульфонамид,
этил-5-[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино
]
карбонил]амино]сульфонил]-1-метил-1Н-пира
зол-4-карбоксилат, N
-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]
карбонил] -1-метил-4-(2-метил
-2Н-тетразол-5-ил)-1Н-пиразол-5-сульфонами
д, карбендазим, гексазинон.

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

Таблица 1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
ГЕРБИЦИДЫ			
1.	ацифторфен	142-160	5-[2-хлор-4-(трифторметил)феноксн]-2-нитробензойная кислота
2.	азулам	142-144	метил-[(4-аминофенил)сульфонил]карбамат
3.	атразин	175-177	6-хлор-N-этил-N'-(1-метилэтил)-1,3,5-триазин-2,4-диамин
4.	метил-бенсульфурон	185-188	метил-2-[[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]-карбонил]амино]сульфонил]-метил]бензоат

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
5.	бентазон	137-139	3-(1-метилэтил)-(1H)-2,1,3-бензотиадиазин-4(3H)-он, 2,2-диоксид
6.	бромацил	158-159	5-бром-6-метил-3-(1-метилпропил)-2,4(1H,3H)пиримидиндион
7.	бромоксинил	194-195	3,5-дибром-4-гидроксибензонитрил
8.	хлорамбен	200-201	3-амино-2,5-дихлорбензойная кислота
9.	этил-хлоримурон	>100	2-[[[[(4-хлор-6-метокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]-амино]сульфонил]бензойная кислота, этиловый эфир
10.	хлороксурон	151-152	N'-[4-(4-хлорфенокси)фенил] N,N-диметилмочевина
11.	хлорсульфурон	174-178	2-хлор-N-[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-амино]карбонил]бензолсульфонамид
12.	хлортолурон	147-148	N'-(3-хлор-4-метилфенил)-N,N-диметилмочевина
13.	кломазон	масло	2-[(2-хлорфенил)метил]-4,4-диметил-3-изоксазолидинон
14.	цианазин	166-167	2-[[4-хлор-6-(этиламино)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]-2-метилпропаннитрил
15.	дазомет	104-105	тетрагидро-3,5-диметил-2H-1,3,5-тиадиазин-2-тион
16.	дезмедипан	120	этил-[3-[[(фениламино)карбонил]окси]фенил]карбамат
17.	дикамба	114-116	3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота
18.	дихлобенил	139-145	2,6-дихлорбензонитрил
19.	дихлорпроп	117-118	(±)-2-(2,4-дихлорфенокси)-пропановая кислота

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
20.	дифенамид	134-135	N,N-диметил-α-фенилбензолацетамид
21.	дипропетрин	104-106	6-(этилтио)-N,N'-бис(1-метилэтил)-1,3,5-триазин-2,4-диамин
22.	диурон	158-159	N'-(3,4-дихлорфенил)-N,N-диметилмочевина
23.	тиаметурон	>100	3-[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]-карбонил]амино]сульфонил]-2-тиофенкарбоновая кислота, метиловый эфир
24.	----	>100	2-[[[[N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-N-метиламино]карбонил]амино]сульфонил]бензойная кислота, метиловый эфир
25.	фенак	156	2,3,6-трихлорбензолуксусная кислота
26.	фенурон	133-134	N,N-диметил-N'-фенилмочевина
27.	фторметурон	163-164	N,N-диметил-N'-[3-(трифторметил)фенил]мочевина
28.	флуридон	151-154	1-метил-3-фенил-5-[3-(трифторметил)фенил]-4(1H)-пиридинон
29.	фомесафен	220-221	5-[2-хлор-4-(трифторметил)-феноксн]-N-(метилсульфонил)-2-нитробензамид
30.	глюфосат	200	N-(фосфонометил)глицин
31.	гексазинон	115-117	3-циклогексил-6-(диметиламино)-1-метил-1,3,5-триазин-2,4(1H,3H)-дион

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
32.	имазаметабенз	>100	6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-м-толуиловая кислота, метиловый эфир и 6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-п-толуиловая кислота, метиловый эфир
33.	имазакуин	219-222	2-[4,5-дигидро-4-метил-4-(1-метилэтил)-5-оксо-1Н-имидазол-2-ил]-3-хинолин-карбоновая кислота
34.	имазетапир	172-175	(±)-2-[4,5-дигидро-4-метил-4-(1-метилэтил)-5-оксо-1Н-имидазол-2-ил]-5-этил-3-пиридинкарбоновая кислота
35.	иоксинил	209	4-гидрокси-3,5-дииодбензонитрил
36.	изопротурон	155-156	N-(4-изопропилфенил)-N',N'-диметилмочевина
37.	изоурон	119-120	N'-[5-(1,1-диметилэтил)-3-изоксазолил]-N,N-диметилмочевина
38.	изоксабен	176-179	N-[3-(1-этил-1-метилпропил)-5-изоксазолил]-2,6-диметоксибензамид
39.	карбутилат	176-178	3-[[(диметиламино)карбонил]амино]фенил-(1,1-диметилэтил)карбамат
40.	ленацил	316-317	3-циклогексил-6,7-дигидро-1Н-циклопентапиримидин-2,4-(3Н,5Н)дион
41.	МСРА	100-115	(4-хлор-2-метилфенокси)уксусная кислота
42.	МСРВ	100	4-(4-хлор-2-метилфенокси)-бутановая кислота
43.	мефлюидид	183-185	N-[2,4-диметил-5-[[(трифторметил)сульфонил]амино]-фенил]ацетамид

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
44.	метабензтиазурон	119-120	1,3-диметил-3-(2-бензотиазолил)мочевина
45.	метазол	123-124	2-(3,4-дихлорфенил)-4-метил-1,2,4-оксадиазолидин-3,5-дион
46.	метрибузин	125-126	4-амино-6-(1,1-диметилэтил)-3-(метилтио)-1,2,4-триазин-5(4Н)-он
47.	метил--метсульфурон	163-166	2-[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]-карбонил]амино]сульфонил]-бензойная кислота, метиловый эфир
48.	монурон	174-175	N'-(4-хлорфенил)-N,N-диметилмочевина
49.	напталам	185	2-[(1-нафталениламино)карбонил]бензойная кислота
50.	небурон	102-103	1-бутил-3-(3,4-дихлорфенил)-1-метилмочевина
51.	нитралин	151-152	4-(метилсульфонил)-2,6-динитро-N,N-дипропиланилин
52.	норфлуразон	174-180	4-хлор-5-(метиламино)-2-[3-(трифторметил)фенил]-3(2Н)-пиридазинон
53.	оризалин	141-142	4-(дипропиламино)-3,5-динитробензолсульфонамид
54.	перфлюидон	142-144	1,1,1-трифтор-N-[2-метил-4-(фенилсульфонил)фенил]-метансульфонамид
55.	фенмедифам	143-144	3-[(метоксикарбонил)амино]-фенил (3-метилфенил)карбамат
56.	пиклорам	>215 (разл.)	4-амино-3,5,6-трихлор-2-пиридинкарбоновая кислота
57.	прометрин	118-120	N,N'-бис(1-метилэтил)-6-(метилтио)-1,3,5-триазин-2,4-диамин

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
58.	пронамид	155-156	3,5-дихлор-N-(1,1-диметил-2-пропинил)бензамид
59.	пропазин	212-214	6-хлор-N,N'-бис(1-метилэтил)-1,3,5-триазин-2,4-диамин
60.	пиразон	205-206	5-амино-4-хлор-2-фенил-3(2H)пиридазинон
61.	сидурон	133-138	N-(2-метилциклогексил)-N'-фенилмочевина
62.	симазин	225-227	6-хлор-N,N'-диэтил-1,3,5-триазин-2,4-диамин
63.	метил--сульфометурон	182-189	2-[[[[(4,6-диметил-2-пиримидинил)амино]карбонил]-амино]сульфонил]бензойная кислота, метиловый эфир
64.	тебутиурон	161-164	N-[5-(1,1-диметилэтил)-1,3,4-тиадиазол-2-ил]-N,N'-диметилмочевина
65.	тербацил	175-177	5-хлор-3-(1,1-диметилэтил)-6-метил-2,4(1H,3H)пиримидиндион
66.	тербутилазин	177-179	2-(трет.-бутиламино)-4-хлор-6-(этиламино)-s-триазин
67.	тербутрин	104-105	N-(1,1-диметилэтил)-N'-этил-6-(метилтио)-1,3,5-триазин-2,4-диамин
68.	триклопир	148-150	[(3,5,6-трихлор-2-пиридинил)окси]уксусная кислота
69.	2,4-D	140	(2,4-дихлорфенокси)уксусная кислота
70.	2,4-DB	119-120	4-(2,4-дихлорфенокси)бутановая кислота
71.	триасульфурон	>100	(3-(6-метокси-4-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-1-[2-(2-хлорэтокси)фенилсульфонил]мочевина

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
72.	примисульфурон	>100	[2-/3-(4,6-бис(дифторметоксипиримидин-2-илуреидосульфонил)бензойная кислота, метиловый эфир]
73.	----	>100	[2-/3-(4,6-бис(дифторметоксси)пиримидин-2-ил)уреидосульфонил)бензойная кислота, метиловый эфир]
74.	NC-311	170-172	[5-пиразолсульфонамид, N-[(4-метокси-6-метилпиримидин-2-ил)аминокарбонил]-4-метоксикарбонил-1-метил]
75.	----	160-162	N-[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]-3-(этилсульфонил)-2-пиридинсульфонамид
76.	----	152-159	2-[[[[(4,6-диметокси-2-пиримидинил)амино]карбонил]-амино]сульфонил]-N,N-диметил-3-пиридинкарбоксамид
77.	----	204-206	метил-2-[[[[[4-этокси-6-(метиламино)-1,3,5-триазин-2-ил]амино]карбонил]амино]-сульфонил]бензоат
ФУНГИЦИДЫ			
78.	карбендазим	302-307	метил-2-бензимидазолкарбамат
79.	тиурам	146	тетраметилтиурам дисульфид
80.	додин	136	н-додецилгуанидин ацетат
81.	хлоронеб	133-135	1,4-дихлор-2,5-диметоксибензол
82.	цимоксанил	160-161	2-циано-N-этилкарбамоил-2-метоксииминоацетамид
83.	каптан	178	N-трихлорметилтиотетрагидрофталамид
84.	фолпет	177	N-трихлорметилтиофталимид
85.	метилтиофанат	195	диметил-4,4'-(о-фенилен)бис(3-тиоаллофанат)

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
86.	тиабендазол	304-305	2-(тиазол-4-ил)бензимидазол
87.	хлорталонил	240-241	тетрахлоризофталонитрил
88.	дихлоран	195	2,6-дихлор-4-нитроанилин
89.	каптафол	160-161	цис-N-[1,1,2,2-тетрахлорэтил)тио]циклогекс-4-ен-1,2-дикарбоксимид
90.	ипродион	133-136	3-(3,5-дихлорфенил)-N-(1-метилэтил)-2,4-диоксо-1-имидазолидин карбоксамид
91.	винклозолин	108	3-(3,5-дихлорфенил)-5-этенил-5-метил-2,4-оксазолидиндион
92.	касугамукин	202-204	касугамукин
93.	триадименол	121-127	бета-(4-хлорфенокси)-α-(1,1-диметилэтил)-1Н-1,2,4-триазол-1-этанол
94.	флутриафол	130	+-α-(2-фторфенил-α-(4-фторфенил)-1Н-1,2,4-триазол-1-этанол
95.	флузилазол	52-58 HCl 201-203	1-[[бис(4-фторфенил)метил-силил]метил]-1Н-1,2,4-триазол
96.	гексаконазол	111	(+/-)-α-бутил-α-(2,4-дихлорфенил)-1Н-1,2,4-триазол-1-этанол
97.	фенаримол	117-119	α-(2-хлорфенил)-α-(4-хлорфенил)-5-пиридинметанол
БАКТЕРИЦИДЫ			
98.	окситетрациклин дигидрат	181-182 (разл.)	окситетрациклин дигидрат
АКАРИЦИДЫ			
99.	гексатиазол	108-109	транс-5-(4-хлорфенил)-N-циклогексил-4-метил-2-оксо-3-тиазолидинкарбоксамид
100.	окситиохинокс	169-170	6-метил-1,3-дитиол[2,3-B]-хинонолин-2-он

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

№ соединения	Торговое название	Т.пл. (°С)	Химическое название
101.	диенохлор	122-123	бис(пентахлор-2,4-циклопента-диен-1-ил)
102.	цигексатин	245	трициклогексилолово гидроксид
103.	фенбутатин оксид	145	бис[трис(2-метил-2-фенил-пропил)олово]оксид
ИНСЕКТИЦИДЫ			
104.	карбофуран	150-152	сложный эфир метилкарбаминовой кислоты с 2,3-дигидро-2,2-диметил-7-бензфуранолом
105.	карбарил	142	сложный эфир метилкарбаминовой кислоты с а-нафтолом
106.	тиодикарб	173-174	диметил N,N'-[тиобис(N-метилимино)карбонилокси]-бис-(этанимидотиоат)
107.	дельтаметрин	98-101	α-циано-3-феноксибензил-цис-3-(2,2-дибромвинил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат
108.	тетрахлорвинфос	93-98	(Z)-2-хлор-1-(2,4,5-трихлорфенил)винил диметилфосфат

Таблица 2

Обозначения ингредиентов, используемые в примерах

Макол® DNP150 (Mazer Chemicals)	Полиэтоксилированный динонилфенол (150 молей оксида этилена)
Плюроник® F108 пропилен (BASF Corp.)	Сополимер из 80% оксида этилена и 20% пропиленоксила
Полипласдон® XL-10 (GAF Corp.)	Сшитый поливинилпирролидон
Ломар® PWA (Henkel Corp.)	Конденсат аммоний нафталинсульфоната и формальдегида
Морвет® EFW (Witco Corp.)	Смесь алкилкарбоксилата и алкилнафталинсульфоната натрия

Таблица 3

Состав премикса

Ингредиенты	% вес.
Диурон технический	62,4

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

Ингредиенты	% вес.
Ломар® PWA	10,0
Макол® DNP150	5,0
Морвет® EFW	2,0
Полипласдон® XL-10	2,0
Мочевина	18,6

Свойства гранул

Седиментация в длинной трубке	0,002
Седиментация в длинной трубке после старения в течение 2 недель при 54°C	0,002
% истирания (отрезки 14-20 меш)	1,7
Насыпной вес (фунт/фут^3)	39,8

Таблица 4

Состав премикса

Ингредиенты	% вес.
Диурон технический	62,4
Ломар® PWA	7,0
Плюроник® F108	5,0
Полипласдон® XL-10	2,0
Безводная лимонная кислота	2,0
Бикарбонат натрия	3,0
Мочевина	18,6

Свойства гранул

Седиментация в длинной трубке	0,002
Седиментация в длинной трубке после старения в течение 2 недель при 54°C	следы
% истирания (отрезки 14-20 меш)	8,7
Массовая плотность (насыпной вес) (фунт/фут^3)	25,1

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

Таблица 5

Состав премикса

Ингредиенты	% вес.
Диурон технический	62,4
Ломар® PWA	7,0
Макол® DNP150	5,0
Полипласдон® XL-10	2,0
Безводная лимонная кислота	5,0
Безводный карбонат натрия	4,0
Мочевина	14,6

Свойства гранул

Седиментация в длинной трубке	следы
Седиментация в длинной трубке после старения в течение 2 недель при 54°C	0,002
% истирания (отрезки 14-20 меш)	8,3
Насыпной вес (фунт/фут^3)	23,9

Таблица 6

Состав премикса

	% вес.
Диурон технический	62,4
Ломар® PWA	7,0
Макол® DNP150	5,0
Полипласдон® XL-10	2,0
Безводная лимонная кислота	5,0
Безводный карбонат натрия	4,0
Безводный сульфат кальция	3,0
Мочевина	11,6

Свойства гранул

Седиментация в длинной трубке	0
Седиментация в длинной трубке через 2 недели старения при 54°C	0,002
% истирания (отрезки 14-20 меш)	6,7
Насыпной вес (фунт/фут^3)	24,8

RU 2096955 C1
RU 2096955 C1

Таблица 7

Состав премикса

Ингредиенты	% вес.
Метил 2-[[[[(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]амино]сульфонил]бензоат	52,0
Ломар® PWA	7,0
Плюроник® F108	8,0
Полипласдон® XL-10	2,0
Безводная лимонная кислота	1,0
Бикарбонат натрия	1,5

Ингредиенты	% вес.
Сорбит	28,5

Свойства гранул

Седиментация в длинной трубке	следы
Седиментация в длинной трубке после 2-недельного старения при 54°C	0,004
% истирания (отрезки 14-20 меш)	0,7
Насыпной вес (фунт/фут^3)	39,6

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1

Таблица 8

Состав премикса

Ингредиенты	% вес.
Метил-2-[[[[(4-метил-6-метокси-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]амино]сульфонил]бензоат	52,0
Ломар® PWA	7,0
Плюроник® F108	8,0
Полипласдон® XL-10	2,0
Безводная лимонная кислота	1,0
Бикарбонат натрия	1,5
Молекулярные сита типа 4А (мелкодисперсные)	4,0
Сорбит	24,5

Свойства гранул

Седиментация в длинной трубке	0,002
Седиментация в длинной трубке через 2 недели при 54°С	0,003
Насыпной вес (фунт/фут^3)	39,0

Таблица 9

Ссылка	E79248-118,	-119	-120
Образцы мочевины	94%	--	--
Линурон	6%	--	--
Атразин	--	90,90%	--
(Каолиновая глина) (Peerless)	--	1,56%	8,49%
Морвет D-425	--	6,03%	--
Морвет EFW	--	1,51%	--
Диурон	--	--	81,46%
Марасперазa N-22	--	--	8,04%
Альфоник 1412-60	--	--	2,01%
	100%	100,00%	100,00%

RU 2096955 C1

RU 2096955 C1