



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 120 753** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **A 01 N 25/04, 43/56**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 94036751/04, 11.10.1994
(30) Приоритет: 12.10.1993 JP 05-280081
(46) Дата публикации: 27.10.1998
(56) Ссылки: EP 0226815, 1987, EP 0217125, 1984.
DE 2251099, 1978. GB 1253867, 1971. US
3486706, 1969. DE 2924403, 1979. JP
60-193904, 1985. JP 1-258603, 1989. EP
0443059, 1992.

(71) Заявитель:
Нихон Нохияку Ко., Лтд. (JP)
(72) Изобретатель: Минору Нигасимура (JP),
Такаси Оотсука (JP), Масаказу Сибаяма (JP)
(73) Патентообладатель:
Нихон Нохияку Ко., Лтд. (JP)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПЕСТИЦИДНОГО ВОДНОГО СУСПЕНЗИОННОГО КОНЦЕНТРАТА И
ПЕСТИЦИДНЫЙ ВОДНЫЙ СУСПЕНЗИОННЫЙ КОНЦЕНТРАТ

(57) Реферат:
Пестицидный водный суспензионный
концентрат включает в себя в качестве
активнодействующего вещества общей
формулы I
1-метил-3-/2-фтор-4-хлор-5-карбэтоксиметокс
ифенил-/4-хлор-5-ди- фформетоксипиразол, в
котором размеры 50% частиц и размеры 90%

частиц в общем распределении частиц
активнодействующего вещества по размерам
составляют соответственно менее 1 мкм и
менее 2 мкм, который безвреден для
культурных растений и равен по
гербицидному действию эмульгируемому
концентрату. 2 с.п.ф-лы, 3 табл.



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 120 753** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **A 01 N 25/04, 43/56**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 94036751/04, 11.10.1994

(30) Priority: 12.10.1993 JP 05-280081

(46) Date of publication: 27.10.1998

(71) Applicant:
Nikhon Nokhijaku Ko., Ltd. (JP)

(72) Inventor: Minoru Nigasimura (JP),
Takasi Ootsuka (JP), Masakazu Sibajama (JP)

(73) Proprietor:
Nikhon Nokhijaku Ko., Ltd. (JP)

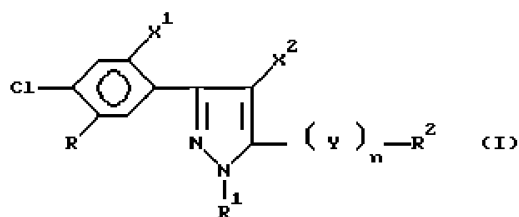
(54) **METHOD OF PREPARING THE PESTICIDE AQUEOUS SUSPENSION CONCENTRATE AND THE PESTICIDE AQUEOUS SUSPENSION CONCENTRATE**

(57) Abstract:

FIELD: pesticides. SUBSTANCE: pesticide aqueous suspension concentrate has compound of the formula (I):
1-methyl-3-(2-fluoro-4-chloro-5-carbethoxymethoxyphenyl)-4-chloro-5-difluoromethoxypyrazole as an active component where sizes of 50% particles and sizes of

90% particles at total distribution of an active component particles are less 1 mcm and less 2 mcm, respectively. This concentrate is harmless for cultured plants and its herbicide activity is similar with that of an emulsified concentrate. EFFECT: improved method of preparing, high effectiveness of preparation. 2 cl, 3 tbl, 11 ex

Настоящее изобретение относится к пестицидному водному суспензионному концентрату, включающему в себя в качестве активное действующее вещество 3-замещенное пиразоловое производное, отвечающее общей формуле (I):



[где R - группа -Y¹R³ (где R³ - алкильная группа C₁-C₆, галоидалкильная группа C₁-C₆, алкенильная группа C₂-C₆ или алкинильная группа C₂-C₆, а Y¹ - атом кислорода или серы), группа -Y²CH(R⁴)CO-OR⁵ (где R⁴ - водородный атом или алкильная группа C₁-C₆, R⁵ - водородный атом, алкильная группа C₁-C₆, галоидалкильная группа C₁-C₆, алкенильная группа C₂-C₆ или алкинильная группа C₂-C₆, а Y² - атом кислорода или серы или группа -NH-), группа -COOCH(R⁴)CO-Y¹R³ (где значения символов R⁴, R⁵ и Y¹ определены выше) или группа -COOR⁶ (где R⁶ - алкильная группа C₁-C₆, галоидалкильная группа C₁-C₆, алкенильная группа C₂-C₆ или алкинильная группа C₂-C₆), R¹ - алкильная группа C₁-C₆, R² - водородный атом, алкильная группа C₁-C₆ или галоидалкильная группа C₁-C₆, X¹ и X², которые могут быть как одинаковыми, так и различными, обозначают атомы галогена, Y - атом кислорода или серы, -SO-, или -SO₂, а n - 0 или 1], причем размеры 50% частиц и размеры 90% частиц в общем распределении частиц этого активное действующее вещество по размерам составляют соответственно 1 мкм или меньше и 2 мкм или меньше; и к способу приготовления упомянутого пестицидного водного суспензионного концентрата.

3-замещенное фенилпиразоловое производное общей формулы (I) представляет собой соединение, предлагаемое в описаниях к японским патентным неакцептованным публикациям NN 3-163063 и 4-211065. Как гербицид указанное производное обладает превосходным гербицидным действием при борьбе против всех растений-вредителей, которые считаются вредными в земледелии на холмах. Так, в частности, при обработке участков, где возделывают такую культуру, как пшеница (ячмень, овес или рожь), упомянутое производное проявляет заметное гербицидное действие на типичные сорняки, например, на подмаренник цепкий (Galium aparine), звездчатку (Stellaria media), веронику (Veronica persica), ромашку (Matricaria inodora), яснотку пурпурную (Lamium purpureum), обыкновенную яснотку (Lamium amplexicaule), пастушью сумку обыкновенную (Capsella bursa-pastoris), march yellowess (Rorippa islandica), ясколку (Cerastium viscosum), марь белую (Chenopodium album), горец (Polygonum aviculare) и тому подобное.

Гербициды для послевсходовой обработки обычно используют в форме эмульгируемых концентратов, смачиваемых порошков, суспензионных концентратов и тому подобного. Так, в частности, заметное гербицидное действие проявляют эмульгируемые концентраты.

Однако при приготовлении эмульгируемого концентрата обязательным является подмешивание органического растворителя, вследствие чего эмульгируемым концентратом свойственны такие недостатки, как нежелательное воздействие на окружающую среду и вредное действие на здоровье потребителей. Более того, эмульгируемые концентраты проявляют заметное биологическое действие и, следовательно, часто не обладают удовлетворительной селективностью действия на культурные и сорные растения.

Смачиваемые порошки свободны от вышеуказанных недостатков эмульгируемых концентратов, но по биологическому действию обычно уступают эмульгируемым концентратам.

С другой стороны, суспензии представляют собой препараты, позволяющие избежать проблем, с которыми связано применение эмульгируемых концентратов и смачиваемых порошков. В последние годы были созданы суспензионные концентраты многих типов.

Однако по биологическому действию суспензии неизбежно хуже эмульгируемых концентратов, хотя и не так, как смачиваемые порошки. Так, в частности, в случае использования слегка водорастворимого или водонерастворимого активное действующее вещества по биологическому действию суспензии заметно уступают эмульгируемым концентратам.

3-замещенное фенилпиразоловое производное общей формулы (I) является очень слаборастворимым, и обычный суспензионный концентрат, содержащий частицы активное действующее вещества среднего размера более 1 мкм оказывается, по существу, безвредными для культурных растений, но проявляет биологическое действие, которое слабее биологического действия эмульгируемого концентрата, то есть суспензионный концентрат необходимо использовать в дозах, которые в 4 - 8 раз превышают дозы эмульгируемых концентратов.

Что касается этих проблем, то было предложено усовершенствовать биологическое действие суспензий путем получения активное действующее вещества в форме тонкодисперсных частиц. С этой целью были предложены нижеследующие технические решения:

(1) способ, при осуществлении которого биологическое действие улучшают тонким измельчением активное действующее вещества до среднего размера частиц 0.5 мкм или менее с использованием измельчающих элементов диаметром менее 0.5 мм (японские патентные публикации, прошедшие экспертизу, NN 63-58802 и 64-7041),

(2) способ, в соответствии с которым улучшение биологического действия и стабилизация дисперсии при разбавлении достигаются тонким измельчением активное действующее вещества с целью

доведения истинного удельного веса продукта и среднего размера частиц до 0.8 или менее (японская патентная публикация, прошедшая экспертизу, N 3-37483), и

(3) способ, согласно которому снижение фитотоксичности в отношении широколиственных культурных растений и улучшение гербицидного действия достигаются доведением размеров 90% или более частиц активнодействующего вещества до 5 мкм или меньше и доведением среднего размера частиц до интервала от 0.3 до 3.0 мкм (японская, прошедшая экспертизу, патентная публикация N 4-17923).

Однако хотя осуществление таких способов дает возможность улучшить биологическое действие за счет тонкого измельчения активнодействующего вещества, эти способы оказываются весьма невыгодными с точки зрения производственной эффективности, вследствие чего, их нельзя внедрять в производство на промышленном уровне.

В частности, при осуществлении способа (1) для получения тонкодисперсных частиц заданного размера с помощью стеклянных шариков диаметра от 0.1 до 0.2 мм измельчение отнимет от 3 до 12 ч. Таким образом, производственная эффективность очень низка, поэтому, экономически выгодное производство оказывается невозможным.

При осуществлении способа (2) в случае использования стеклянных шариков диаметром 1 мм потребуется, как и по способу (1), длительное измельчение, от 3 до 6 ч. В соответствии со способом (3) продолжительность измельчения неизвестна, но для этого, как и по способу (2), предусмотрено применение стеклянных шариков диаметром 1 мм, вследствие чего, для достижения среднего размера частиц 1 мкм или менее потребуется длительный период измельчения.

Таким образом, подобно способу (1), способы (2) и (3) также оказываются неудовлетворительными с точки зрения производственной эффективности в реальном производстве.

Краткое изложение существа изобретения

Желательно, чтобы суспензия, которая в качестве активнодействующего вещества содержит 3-замещенное фенилпиразоловое производное общей формулы (1), проявляла гербицидное действие, равное гербицидному действию эмульгируемого концентрата, оставаясь при этом безвредной для культурных растений. До сих пор отсутствует техническое решение, позволяющее устранить эту проблему.

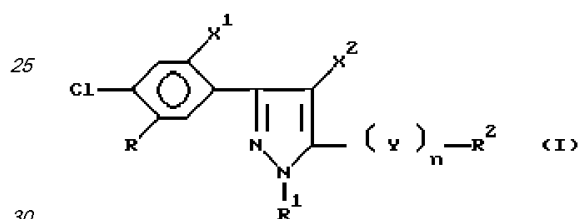
Авторы настоящего изобретения проводили упорные исследования в попытке разрешения этой проблемы, в результате чего, было установлено, что в том случае, когда тонкодисперсные частицы активнодействующего вещества, среди которых размеры 50% частиц в общем распределении частиц по размерам составляют менее 1 мкм и размеры 90% частиц в общем распределении частиц по размерам менее 2 мкм, получают влажным тонкодисперсным измельчением 3-замещенного фенилпиразолового производного общей формулы (1) с использованием твердых измельчающих элементов плотностью более 4 г/куб.см и

диаметром менее 1 мм и суспендируют в водной среде, приготовив водный суспензионный концентрат, такая композиция проявляет гербицидное действие, равное гербицидному действию эмульгируемого концентрата, и характеризуется пониженной фитотоксичностью в отношении культурных растений. Таким образом было создано настоящее изобретение. В дальнейшем размеры 50% частиц в общем распределении частиц по размерам иногда указаны как средний размер частиц.

Подробное описание предпочтительных вариантов

3-замещенное фенилпиразоловое производное, то есть, активнодействующее вещество, которое используют для осуществления настоящего изобретения, отвечает общей формуле (I), описанной ниже. Типичные представители 3-замещенного фенилпиразолового производного перечислены в табл. 1, однако рамки настоящего изобретения ими не ограничиваются.

Общая формула (I):



где значения символов R, R¹, R², X¹, X², Y и n определены выше.

Что касается заместителей 3-замещенного фенилпиразолового производного общей формулы (I), используемого в соответствии с настоящим изобретением, то каждая алкильная группа является линейной или разветвленной алкильной группой, содержащей от 1 до 6 углеродных атомов, каждая галоидалкильная группа представляет собой замещенную алкильную группу, содержащую в качестве заместителя (заместителей) один или несколько атомов галогена, которые могут быть как одинаковыми, так и различными, и которые выбирают из класса, включающего в себя атомы хлора, фтора, иода и брома, каждая низшая алкенильная группа представляет собой линейную или разветвленную алкенильную группу, содержащую от 2 до 6 углеродных атомов, а каждая алкинильная группа является линейной или разветвленной алкинильной группой, содержащей от 2 до 6 углеродных атомов.

Содержание активнодействующего вещества выбирают, принимая во внимание то, что это активнодействующее вещество не должно оказывать фитотоксического действия на культурные растения, которые защищают его нанесением, но должно проявлять достаточное гербицидное действие на другие, сорные растения. Обычно количество 3-замещенного фенилпиразолового производного общей формулы (I) можно соответственно выбирать в интервале от 0.1 до 20 вес.ч. на 100 вес.ч. пестицидного водного суспензионного концентрата.

Пестицидный суспензионный концентрат настоящего изобретения можно готовить смешением водной среды с вышеупомянутыми тонкодисперсными

частицами, полученными измельчением активноедействующего вещества, поверхностно-активного вещества, загустителя и добавки, снижающей температуру замерзания. При необходимости, в состав пестицидного водного суспензионного концентрата можно также вводить стабилизатор, пеногасящий агент, антисептик и тому подобное.

В качестве поверхностно-активного вещества при осуществлении настоящего изобретения можно использовать, например, анионоактивные поверхностно-активные вещества, в частности, лигнинсульфонаты, алкиларилсульфонаты, диалкилсульфосукцинаты, сульфаты простых полиоксиалкиленалкиларилловых эфиров, алкилнафталинсульфонаты и тому подобное; а также неионогенные поверхностно-активные вещества, в частности, полиоксиалкиленалкиларилловые простые эфиры, полиоксиалкиленстирилфениловые фениловые простые эфиры, полиоксиалкиленгликоли, полиоксиалкиленалкиловые простые эфиры, полиоксиалкиленалкиловые сложные эфиры и тому подобное. Эти поверхностно-активные вещества могут быть использованы индивидуально или в форме их смесей.

Вышеуказанное поверхностно-активное вещество необходимо для достижения эффективного тонкодисперсного измельчения; оно обладает эффективностью при стабилизации дисперсной системы конечного водного суспензионного концентрата. Количество поверхностно-активного вещества можно соответствующим образом выбирать в интервале от 0.1 до 10 вес.ч. на 100 вес.ч. водного суспензионного концентрата.

В качестве загустителя можно использовать, например, природные полисахариды, в частности, ксантановую камедь, гуаровую камедь, аравийскую камедь, альгиновую кислоту и тому подобное; неорганические вязкие материалы, в частности, бентонит и тому подобное; полусинтетические вязкие материалы, в частности, карбоксиметилцеллюлозу, оксиэтилцеллюлозу и тому подобное; а также синтетические вязкие материалы, в частности, поливиниловый спирт, поливинилпирролидон, карбоксивиниловые полимеры и тому подобное. Эти загустители можно применять индивидуально или в форме их смесей. Количество используемого загустителя можно соответственно выбирать в пределах от 0.01 до 10 вес.ч.

Класс добавок, снижающих температуру замерзания, не ограничивается конкретными материалами. Так, например, с этой целью можно применять этиленгликоль, пропиленгликоль и тому подобное. Количество используемой добавки, снижающей температуру замерзания, можно выбирать в интервале от 0 до 20 вес. ч.

В качестве измельчающего элемента для тонкодисперсного измельчения активноедействующего вещества до среднего размера частиц менее 1 мкм можно применять любой измельчающий элемент, лишь бы его плотность превышала 4 г/куб. см, а диаметр составлял менее 1 мкм. Так, например, с этой целью можно применять такой измельчающий элемент, как

керамические шарики, шарики из высокочистой двуокиси циркония и тому подобного.

Плотность измельчающего элемента в значительной мере влияет на эффективность измельчения. Плотность обычно применяемых стеклянных шариков составляет 3 г/куб.см или меньше, поэтому она недостаточно отличается от плотности измельчаемого материала, из-за чего эффективность измельчения низка, а потому для измельчения требуется очень большое количество времени. В случае использования измельчающего элемента диаметром более 1 мм пространство между такими элементами велико, вследствие чего измельчение до среднего размера частиц менее 1 мкм невозможно.

Влажное тонкодисперсное измельчение можно осуществлять с помощью обычной мельницы и без создания каких-либо особых условий, за исключением использования жесткой среды, примеры которой приведены выше.

Эффективность тонкого измельчения можно повысить проведением предварительного измельчения активноедействующего вещества, хотя ее степень зависит от физических свойств подвергаемого измельчению материала (активноедействующего вещества).

Примеры

Ниже приведены типичные примеры, сравнительные примеры и примеры испытаний в соответствии с настоящим изобретением, но их не следует считать ограничивающими рамки изобретения.

Количества материалов в этих примерах и сравнительных примерах во всех случаях выражены в весовых частях.

Пример 1. - 3.0 ч. диоктилсульфосукцината, 6.0 ч. сульфата полиоксиэтиленфенилалкиларилового простого эфира, 10.0 ч. пропиленгликоля, 0.1 ч. бензоизотиазолина и 0.5 ч. силиконовой эмульсии смешали с 77.5 ч. воды с достижением растворения. Затем диспергировали 2.5 ч, соединения N 19, которое подвергли предварительному сухому измельчению до среднего размера частиц 21 мкм, и смешали с приготовленной смесью.

Полученную таким образом диспергированием смесь загружали в прибор DYNO-MILL модели KDL (выпускается фирмой "Бэкофен Ко., Лтд."); снабженный сосудом емкостью 350 мл совместно с 280 мл керамических шариков с размером частиц 0,3 мм и плотностью 6 г/куб.см (TORAYCERAM, выпускаются фирмой "Торай индастриз, инк."), и подвергли мокрому измельчению при скорости вращения мешалки 2000 об/мин. Через определенные интервалы времени отбирали пробы, причем эти пробы использовали для измерения изменений размеров частиц по времени.

Пример 2. Мокрое измельчение провели аналогично вышеизложенному в примере 1, за исключением того, что при этом изменили размеры частиц керамических шариков (0,6 мм). Через определенные интервалы времени отбирали пробы с целью измерить изменения размеров частиц с течением времени.

Пример 3. В 99,6 ч. суспензии, приготовленной мокрым измельчением в течение 30 мин аналогично

вышеизложенному в примере 1, равномерно подмешивали 0,4 ч. ксантановой камеди, получив суспензионный концентрат соединения N 19 со средним размером частиц 0,3 мкм, причем в общем распределении частиц по размерам 50% частиц имеют размер 0,3 мкм или менее, тогда как 90% частиц - 0,8 мкм или менее.

Сравнительный пример 1. Мокрое смешение провели аналогично вышеизложенному в примере 1, за исключением того, что при этом вместо керамических шариков использовали стеклянные шарики с размерами частиц 0,3 мм и плотностью 2,3 г/куб.см. С целью измерить изменения размеров частиц с течением времени по образцам через определенные промежутки времени отбирали пробы.

Сравнительный пример 2. В 99,6 ч. суспензии, приготовленной мокрым измельчением в течение 150 мин аналогично вышеизложенному в сравнительном примере 1, равномерно подмешали 0,4 ч. ксантановой камеди, в результате чего получили концентрат соединения N 19 со средним размером частиц 3,3 мкм.

Сравнительный пример 3. - 2,5 г соединения N 19, 10 ч. N-метил-2-пирролидона, 80 ч. продукта solvesso 200 (выпускается фирмой "Эксон кемикал Ко., лтд.") и 10 ч. продукта SP-3005X (выпускается фирмой "Тохо кагаку К.К.") перемешали до растворения, в результате чего приготовили эмульгируемый концентрат, содержащий 2,5% соединения N 19.

Пример испытания 1. Размеры частиц активноразрушающего вещества в каждом из образцов, которые были отобраны в ходе экспериментов примеров 1 и 2, измеряли с помощью лазерного гранулометра (LPA-3000, выпускается фирмой "Опука электроникс К., лтд.") и гранулометра со счетчиком типа Coulter (счетчик частиц ELZONE, выпускается фирмой "Партикл дата Ко., лтд.").

Для сравнения размеры частиц активноразрушающего вещества в каждой из проб, которые были отобраны в эксперименте сравнительного примера 1, измерили аналогично вышеизложенному.

Полученные результаты сведены в табл. 2.

Как показано в табл. 2, время, которое требуется для того, чтобы размер 50% частиц и размер 90% частиц активноразрушающего вещества в общем распределении частиц по размерам был уменьшен соответственно до менее 1 мкм и менее 2 мкм мокрым измельчением, составляет 20 мин в эксперименте примера 1 и 30 мин в эксперименте примера 2. С другой стороны, из данных сравнительного примера 1 совершенно очевидно, что активноразрушающее вещество не измельчается до размеров частиц в вышеприведенном интервале даже после измельчения в течение 240 мин.

Пример испытания 2. Пластмассовый сосуд диаметром 12 см и высотой 12 см заполнили просеянной почвой возвышенных территорий и засеяли пшеницей, подмаренником цепким (*Galium aparine*) и вероникой (*Veronica persica*) таким образом, что глубину покрывающего слоя при этом

регулировали на уровне 1 см, после чего эти растения выращивали в оранжерее.

Когда ростки пшеницы выросли до стадии 3-его листа, а ростки подмаренника цепкого и вероники достигли стадии 1-го листа, рассыпали смесь, которая включала в себя в заданной концентрации каждый из препаратов, приготовленных в ходе экспериментов примера 3 и сравнительных примеров 2 и 3, причем опрыскиванию равномерно подвергли стебли и листья с расходом жидкости 300 л/га, используя лабораторный опрыскиватель.

После обработки такими препаратами растения продолжали выращивать в оранжерее в течение 14 дней и визуально оценили фитотоксичность в отношении пшеницы и гербицидное действие на сорняки с использованием шкалы оценок от 0 (отсутствие фитотоксичности и гербицидного действия) до 100 (полное уничтожение).

Как видно из данных табл. 3, водный суспензионный концентрат настоящего изобретения не проявляет фитотоксичности в отношении пшеницы, но оказывает заметное гербицидное действие на вредные растения. Его гербицидное действие при этом такое же, что и у эмульгируемого концентрата.

Пример 4. - 2 0,2 части диоктилсульфосукцината, 2,5 части полиоксиэтиленстирилфенилфосфата, 1,0 часть очищенного бентонита (KUNIPIA G) произв. Кунимин Индастриз Инк. (Kunimine Industries, Inc.), 0,5 частей этиленгликоля, 0,1 части бензизотиазолина и 0,5 части силиконовой эмульсии смешивали с 88,5 частями воды для растворения. Затем в полученной смеси диспергировали 2,0 частями соединения N 19, измельченного в сухом виде до среднего размера частиц 21 мкм, и полученную смесь перемешивали.

Смесь, полученную таким образом путем диспергирования, загружали в мельницу ДИНО-МИЛЛ, модель KDL, оборудованную сосудом вместимостью 350 мл, вместе с 280 мл керамических шариков с размером частиц 0,3 мм и плотностью 5,6 г/см³ (TORAYCERAM) и осуществляли мокрое измельчение в течение 30 минут со скоростью вращения мешалки 2000 об/мин.

0,2 части ксантановой камеди равномерно смешивали с 99,8 частями полученной вышеуказанным образом суспензии, и получали суспензионный концентрат соединения 19, имеющий средний размер частиц 0,3 мкм, причем в общем распределении частиц по размерам 50% частиц имели размер 0,3 мкм или менее, а 90% частиц - 0,8 мкм или менее.

Пример 5. С 95,0 частями суспензии, полученной влажным измельчением в течение 30 минут в соответствии с процедурой примера 1, однородно смешивали 5,0 частей бентонита с получением суспензионного концентрата соединения 19 со средним размером частиц 0,3 мкм при размерах 50% и 90% частиц в общем распределении частиц по размерам, составляющих 0,3 мкм или менее и 0,8 мкм или менее, соответственно.

Пример 6. - 0,2 части диоктилсульфосукцината, 2,5 части полиоксиэтиленстирилфенилфосфата, 1,2 часть очищенного бентонита, 5,0 частей этиленгликоля и 0,5 части силиконовой

эмульсии смешивали с 90,6 частями воды для растворения. Затем в полученной смеси диспергировали 2,0 части соединения N 19, измельченного в сухом виде до среднего размера частиц 21 мкм, и полученную смесь перемешивали.

Смесь, полученную таким образом путем диспергирования, загружали в мельницу ДИНО-МИЛЛ, модель KDL, оборудованную сосудом вместимостью 350 мл, вместе с 280 мл керамических шариков с размером частиц 0,3 мм и плотностью 5,6 г/см³ и осуществляли мокрое измельчение в течение 30 минут со скоростью вращения мешалки 2000 о/мин.

Полученная суспензия соединения 19, имеет средний размер частиц 0,3 мкм.

Формула изобретения:

1. Способ получения пестицидного водного суспензионного концентрата, включающий тонкое мокрое измельчение суспензии активного вещества и целевых добавок с использованием твердых мелющих элементов диаметром менее 1 мм с получением 50% частиц размером менее 1 мкм, отличающийся тем, что измельчению подвергают суспензию, включающую в качестве активного вещества 1-метил-3-(2-фтор-4-хлор-5-карбэтоксиметоксифенил)-4-хлор-5- дифторметоксипиразол, состава, мас. %:

Активное вещество - 2,0 - 2,5
ПАВ - 2,7 - 10,0
Загуститель - До 5,0
Добавка, снижающая температуру замерзания - 5,0 - 10,0
5 Вспомогательные добавки - антисептик, пеногасящий агент - До 1,0
Вода - Остальное
а в качестве мелющего элемента используют керамические сфероиды плотностью 5,6 - 6 г/см³, диаметром 0,3 - 0,6 мм, и процесс ведут до измельчения 90% частиц до размера менее 1,5 мкм.
10 2. Пестицидный водный суспензионный концентрат, полученный способом по п.1, отличающийся тем, что содержит, мас. %:
15 1-Метил-3-(2-фтор-4-хлор-5-карбэтоксиметоксифенил)-4-хлор-5- дифторметоксипиразол в качестве активного вещества - 2,0 - 2,5
ПАВ - 2,7 - 10,0
20 Загуститель - До 5,0
Добавка, снижающая температуру замерзания - 5,0 - 10,0
Вспомогательные добавки - антисептик, пеногасящий агент - До 1,0
Вода - Остальное
25 при условии, что 50% частиц активного вещества имеют размер менее 1 мкм, 90% частиц - менее 1,5 мкм.

30

35

40

45

50

55

60

Таблица 1

№	R	R ²	X ¹	X ₂	(Y) _n	Физические свойства
1	OCH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	Cl	Cl	S	плотн. ND. 1.6131 (25.3°C)
2	OCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5536 (28.4°C)
3	OCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	Т.пл. 63.7-64.1°C
4	SCH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	Cl	Cl	S	пастообразное
5	SCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 52.0-55.0°C
6	SCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5670 (17.9°C)
7	OCH ₂ C≡CH	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 71.5°C
8	OCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 84.0°C
9	OCH ₂ C≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 98.0-98.1°C
10	SCH ₂ C≡CH	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 94.5°C
11	SCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 127-129°C
12	SCH ₂ C≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 82.8°C
13	OCH ₂ COOCH ₃	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 126.2°C
14	OCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 119.8°C
15	OCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	Cl	B	O	т.п. 133.8°C
				r		
16	OCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 122.8-123.1°C
17	OCH ₂ COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 106.5°C
18	OCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 102.3°C
19	OCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 127.6°C
20	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-n}	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 89.7°C
21	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-n}	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 97.6-97.8°C
22	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-i}	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 106.0°C
23	OCH ₂ COOC ₃ H _{7-i}	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 120.3-120.5°C
24	OCH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 84.7°C
25	OCH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 89.2-89.4°C
26	OCH ₂ COOCH ₂ CH≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 119.6°C
27	OCH ₂ COOCH ₂ CH≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 99.0°C
28	OCH(CH ₃)COOH	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 191-194°C
29	OCH(CH ₃)COOCH ₃	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 90-93°C
30	OCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 95.6°C
31	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	Cl	S	nD 1.5763 (28.8°C)
32	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5238 (25.7°C)
33	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	B	O	nD 1.5396 (20.8°C)
				r		
34	OCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	т.п. 67.0-97.2°C
35	OCH(CH ₃)COOC ₃ H _{7-i}	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 87-90°C
36	SCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5654 (19.8°C)
37	SCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5494 (25.0°C)
38	SCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5565 (28.0°C)
39	SCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5328 (18.0°C)
40	NHCH(CH ₃)COOCH ₃	CH ₃	Cl	Cl	S	т.п. 144.2°C
41	NHCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	Cl	S	paste
42	NHCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5371 (23.4°C)
43	NHCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5264 (26.6°C)
44	COCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 74.4°C
45	COCH ₂ COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5350 (27.3°C)
46	COCH ₂ COSCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	
47	COCH ₂ COSCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	
48	COCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	т.п. 57.2°C
49	COCH ₂ COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5362 (23.4°C)
50	COCH ₂ COSC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5763 (20.7°C)

RU 2 120753 C1

RU 2 120753 C1

№	R	R ²	X ₁	X ₂	(Y) _n	Физические свойства
51	COCH ₂ COSC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5536 (27.3°C)
52	COCH ₂ COOC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5289 (24.0°C)
53	COCH ₂ COOC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	F	Cl	O	
54	COCH ₂ COOC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5684 (20.2°C)
55	COOCH ₂ COSC ₃ H ₇ -i	CHF ₂	F	Cl	O	
56	COOH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 45.4°C
57	COOH ₂ COOCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	F	Cl	O	
58	COOH ₂ COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 79.3°C
59	COOH ₂ COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	F	Cl	O	
60	COOCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5370 (25.7°C)
61	COOCH(CH ₃)COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5314 (23.0°C)
62	COOCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5672 (26.0°C)
63	COOCH(CH ₃)COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5212 (14.1°C)
64	COOCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 78.5°C
65	COOCH ₃	CHF ₂	Cl	Cl	O	m.p. 63.9°C
66	COOCH ₃	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5430 (17.0°C)
67	COOC ₂ H ₅	CH ₃	Cl	Cl	S	nD 1.6029 (20.1°C)
68	COOC ₂ H ₅	CHF ₂	Cl	Cl	O	nD 1.5446 (26.8°C)
69	COOC ₂ H ₅	CHF ₂	F	Cl	O	nD 1.5320 (21.0°C)
70	OCH ₂ CH=CH ₂	CHF ₂	Cl	Cl	NH	m.p. 80.6°C
71	OCH ₂ C≡CH	CHF ₂	Cl	Cl	NH	m.p. 118.9°C
72	OCH ₂ COOH ₃	изо- i-C ₃ H ₇	Cl	Cl	-	paste
73	OCH ₂ CH=CH ₂	i-C ₃ H ₇	Cl	Cl	-	paste
74	OCH ₂ C≡CH	i-C ₃ H ₇	Cl	Cl	-	paste
75	SCH ₂ COOCH ₃	трет.- C ₄ H ₉	Cl	Cl	-	paste
76	OCH ₂ CH=CH ₂	CH ₂ Br	Cl	Cl	-	paste

Таблица 2

Время измельчения (мин)	Пример 1 (мкм)		Пример 2 (мкм)		Сравнительный пример 1 (мкм)	
	50%	90%	50%	90%	50%	90%
0	21.0	-	21.0	-	21.0	-
10	1.0	5.2	3.0	7.8	10.5	18.5
20	0.5	1.3	1.0	3.5	7.6	15.3
30	0.3	0.8	0.5	1.0	7.3	14.7
40	0.3	0.8	0.4	0.9	6.6	12.8
50	0.2	0.7	0.3	0.7	6.0	12.0
60	0.2	0.6	0.2	0.7	5.5	12.0
90	0.15	0.6	0.2	0.6	4.7	12.4
120	0.15	0.6	0.15	0.6	4.3	12.1
150	0.15	0.6	0.15	0.6	3.3	10.6
180	0.15	0.6	0.15	0.7	2.0	9.7
240	0.15	0.6	0.15	0.7	1.5	8.2

Таблица 3

Препарат	Дозировка (г/га)	Фитотоксичность в отнош. пшеницы	Гербицидное действие на	
			Подмаренник цепкий	Веронику
Пример 3	5	0	100	100
	10	0	100	100
Сравнительного примера 2	5	0	50	10
	10	0	97	90
Сравнительного примера 3	5	0	100	100
	10	8	100	100

RU 2120753 C1

RU 2120753 C1