

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

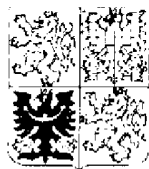
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2428-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **30. 07. 97**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **02.08.96**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **96/691478**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **18. 03. 98**
(Věstník č. 3/98)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. cl.⁶:

C 07 D 207/30

(71) Přihlášovatel:

AMERICAN CYANAMID COMPANY, Wayne,
NJ, US;

(72) Původce:

Schaaf Mimi Yih-Pei Chou, Princeton, NJ,
US;

Brunt Steven, Yardley, PA, US;

Xu Jian James, Princeton, NJ, US;

Goldsmith Andrew Evelyn, Denmead, GB;

Walker Anthony Francis, Fareham, GB;

Mowery Patrick Charles, Morrisville, PA, US;

Donoghue Edward S., Titusville, NJ, US;

Rajan Srinivasan, Newton, PA, US;

(74) Zástupce:

Čermák Karel Dr., Národní 32, Praha 1,
11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Stabilní arylpyrrolové částice, způsob je-
jich přípravy a kompozice tvořené
suspenním koncentrátem, obsahující
tyto částice**

(57) Anotace:

Řešení se týká arylpyrrolových částic, které
jsou připraveny způsobem, podle kterého se
částice nechají vyzrát a melou se, a pesti-
cidních kompozic tvořených suspenním
koncentrátem obsahujících tyto částice. Veli-
kost částic podle vynálezu zůstává během
skladování překvapivě stabilní.

CZ 2428-97 A3

Stabilní arylpyrrolové částice, způsob jejich přípravy
a kompozice tvořené suspenzním koncentrátem, obsahující
tyto částice

Oblast techniky

Vynález se týká stabilních arylpyrrolových částic, způsobu jejich přípravy a kompozice tvořené suspenzním koncentrátem obsahující tyto částice.

Dosavadní stav techniky

Škůdci, jakými jsou zejména hmyz a roztoči způsobují značné globální ekonomické ztráty tím, že snižují množství úrody a způsobují zhoršení její kvality. Arylpyrrolové sloučeniny se používají pro kontrolu insekticidních a akaricidních škůdců. Nicméně se zjistilo, že si arylpyrrolové částice přítomné v suspenzním koncentrátu nezachovávají stabilní velikosti částic. Ukázalo se, že zejména určité arylpyrrolové částice narůstají v průběhu skladování do nepříjemných rozměrů.

Určité pesticidní arylpyrrolové sloučeniny a způsoby jejich přípravy a použití jsou popsány v patentech US 5,010,098 a 5,233,051 a kanadské patentové přihlášce č. 2,076,937. Chlorfenapyr(4-bromo-2-(p-chlorofenyl)-1-(ethoxymethyl)-5-(trifluoromethyl)pyrrol-3-karbonitril) byl prvním arylpyrrolovým pesticidem, který se vyráběl komerčně.

Kompozice, tvořené suspenzním koncentrátem, obsahující arylpyrrolové částice, jsou popsány v patentu US 5,496,845. Nicméně se ukázalo, že je stabilita velikosti částic arylpyrrolových sloučenin v referenčních kompozicích proměnná. Obecně se dá říci, že arylpyrrolové částice, které jsou v daném oboru známé, svůj objem během skladování zvětšují, tj. počáteční počet relativně malých částic přechází na menší počet větších částic. Proto je žádoucí připravit částice, jejichž velikosti se v průběhu skladování v podstatě nemění a nemění tak nežádoucím způsobem charakteristiky formulací, obsahujících tyto částice.

Podstata vynálezu

Vynález poskytuje stabilní arylpyrrolové částice, u kterých je přibližně více než 20% arylpyrrolu ve stabilní krystalické formě.

Vynález dále poskytuje způsob přípravy stabilních arylpyrrolových částic, který zahrnuje:

a) připravení první směsi obsahující arylpyrrolové částice, dispergační činidlo a vodu;

b) udržení této první směsi v teplotním rozmezí přibližně od 25°C do 80°C s cílem získat vyzrálou směs;

c) mletí této vyzrálé směsi s cílem získat stabilizované arylpyrrolové částice.

Vynález rovněž poskytuje stabilní arylpyrrolové částice připravené způsobem podle vynálezu a kompozice

suspenzního koncentrátu obsahující arylpyrrolové částice podle vynálezu.

Takže cílem vynálezu je poskytnout způsob stabilizace arylpyrrolových částic.

Dalším cílem vynálezu je poskytnout stabilní arylpyrrolové částice.

Cílem vynálezu je rovněž poskytnutí kompozic tvořených suspenzním koncentrátem, které obsahují stabilní arylpyrrolové částice.

Tyto a další cíle a výhody vynálezu se stanou zřejmějšími po prostudování následujícího podrobného popisu a přiložených patentových nároků.

Stručný popis obrázků

Obr. 1 znamená charakteristické infračervené absorpční spektrum produktu chlorfenapyrový polymorf, označeného jako „Polymorf I“.

Obr. 2 znamená charakteristické infračervené absorpční spektrum produktu chlorfenapyrový polymorf, označeného jako „Polymorf II“.

Důležitým předmětem vynálezu je to, že vynález poskytuje stabilní arylpyrrolové částice, které rostou v průběhu skladování v kompozicích suspenzního koncentrátu nevýznamným způsobem. Zjistilo se, že arylpyrroly mohou existovat alespoň ve dvou krystalických formách. Převažující krystalické formy chlorofenapyru jsou zde označeny například jako

Polymorf I a Polymorf II. Polymorf I má teplotu tání 95°C a charakteristické infračervené absorpční spektrum, znázorněné na obrázku 1. Polymorf II má teplotu tání 101°C a charakteristické infračervené spektrum, znázorněné na obrázku 2.

Dále se zjistilo, že určité arylpyrrolové formy jsou stabilnější než další arylpyrrolové krystalické formy. Překvapením bylo, že kompozice obsahující chlorofenapyrové částice, které mají poměr krystalických forem Polymorf I : Polymorf II větší než přibližně 1 : 4, jsou při skladování mnohem stabilnější než kompozice, u kterých se zmíněný poměr Polymorf I : Polymorf II pohybuje v rozmezí od 1 : 4 do 0 : 1.

Vynález se výhodně týká arylpyrrolových částic obsahujících stabilizující množství stabilní krystalické formy arylpyrrolu. Stabilizujícím množstvím stabilní krystalické formy je množství, které brání nepříjemnému růstu částic v průběhu skladování v kompozicích obsahujících arylpyrrolové částice a vodu. Nepříjemný růst částic snižuje pesticidní účinnost arylpyrrolů a/nebo nežádoucím způsobem obsahuje fyzikální vlastnosti kompozic.

Z tohoto důvodu byla stabilita arylpyrrolových částic nepředvídatelnou, protože komerční výrobní způsoby poskytují částice, u nichž je množství stabilní krystalické formy velmi proměnné. Doposud se o existenci a významu různých krystalických forem nevědělo a nebyl ani znám způsob, který by umožnil získat předvídatelně stabilní částice.

Nyní se zjistilo, že různé krystalické formy, neboli polymorfy, lze identifikovat. Rovněž se zjistilo, že kompozice arylpyrrololových suspenzních koncentrátů, obsahující vysoké procento jednoho polymorfu, jsou stabilnější než kompozice suspenzního koncentráту, které obsahují nízké procento tohoto polymorfu. Zejména kompozice chlorfenapyrového suspenzního koncentráту, obsahující chlorfenapyrové částice, které obsahují vysoké procento Polymorfu I jsou stabilnější, než kompozice suspenzního koncentráту, které obsahují nízké procento Polymorfu I. Vzhledem k tomu, že lze množství každé krystalické formy změřit, lze v současnosti získat stabilní arylpyrrolové suspenzní koncentráty, tvořící suspenzi z arylpyrrolových částic, které mají dostatečně stabilní krystalický obsah.

Arylpyrrolové částice, které mají požadované množství stabilní krystalické formy mohou být zvoleny z variant částic produkovaných komerčními výrobními způsoby. Vsádky arylpyrrolu, který má různé poměry stabilní krystalické formy ku nestabilní krystalické formě lze smísit za použití směšovacíh, v daném oboru známých metod, za účelem dosažení požadovaného poměru. Poměr polymorfů, přítomný v částicové vsádce chlorofenapyrových částic, lze určit pomocí infračervené analýzy.

Chlorfenapyrové částice podle vynálezu výhodně obsahují poměr Polymorf I ku Polymorfu II pohybující se v rozmezí přibližně od 1 : 3 do 1 : 0 a výhodněji v rozmezí přibližně od 1 : 1 do 1 : 0.

Střední průměr arylpyrrolových částic podle vynálezu je výhodně menší než přibližně 100 μm , výhodněji přibližně menší než 15 μm a nejvýhodněji se pohybuje v rozmezí přibližně od 0,5 μm do 10 μm .

Arylpyrrolové částice podle vynálezu mohou být formulovány jako suspenzní koncentráty, dispergovatelné granule, smáčitelné prášky, popraše, prašné koncentráty, mikroemulze a pod., způsoby v daném oboru známými. Tyto kompozice zahrnují arylpyrrolové částice podle vynálezu a jeden nebo několik zemědělsky přijatelných pevných nebo kapalných nosičů.

Vynález zejména poskytuje stabilní kompozice suspenzních koncentrátů, které obsahují přibližně 10% až 50% hmotnosti arylpyrrolových částic podle vynálezu, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti dispergačního činidla, přibližně 0,5% až 5% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 1% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně 0,01% až 0,5% hmotnosti zahušťovacího činidla, přibližně až 15% hmotnosti činidla proti zamrzání, přibližně až 1% hmotnosti činidla proti pění, přibližně až 0,5% hmotnosti konzervačního činidla a vodu.

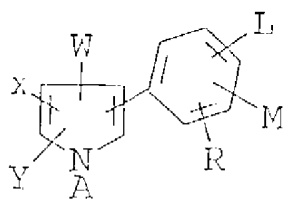
Stabilní kompozice suspenzního koncentrátu podle vynálezu výhodně obsahují 10% až 40% hmotnosti arylpyrrolových částic, 0,5% až 1,5% hmotnosti dispergačního činidla, 1,5% až 3,5% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 1% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně 0,01% až 0,5% hmotnosti zahušťovacího činidla, přibližně 5% až 10% hmotnosti činidla proti zamrzání, přibližně 0,1% až

1% hmotnosti činidla proti pění, pibližně 0,01% až 0,5% hmotnosti konzervačního činidla a vodu.

V kompozicích suspenzních koncentrátů podle vynálezu se poměr celkového množství dispergačního činidla a sterického stabilizátoru ku arylpyrrolovým částicím pohybuje výhodně v rozmezí pibližně od 1 : 5 do 1 : 15 a výhodněji pibližně v rozmezí od 1 : 8 do 1 : 10.

Střední průměr arylpyrrolových částic přítomných v kompozicích suspenzního koncentrátu podle vynálezu je výhodně menší než 15 μm , výhodněji pibližně 0,5 μm až 10 μm a nejvýhodněji pibližně 0,5 μm až 4 μm .

Arylpyrrolové sloučeniny podle vynálezu zahrnují sloučeniny obecného vzorce I



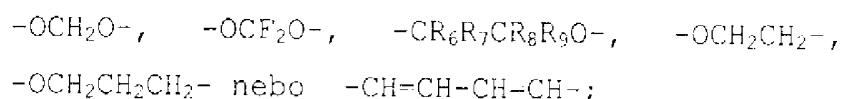
(1)

ve kterém

- X znamená atom vodíku, fluoru, chloru, bromu, jódu, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo $\text{S(O)}_n(\text{C}_1\text{--C}_4\text{halogenalkylovou})$ skupinu;
- Y znamená atom fluoru, chloru, bromu, jódu, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo kyanoskupinu;

- W znamená kyanoskupinu nebo nitroskupinu;
- A znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním nebo třemi
halogenovými atomy,
jednou kyanoskupinou,
jednou alkoxy skupinou s 1 až 4 atomy uhlíku,
jednou alkylthioskupinou s 1 až 4 atomy
uhlíku,
jednou fenylovou skupinou případně
substituovanou alkylovou skupinou s 1 až 3
atomy uhlíku, alkoxy skupinou s 1 až 3 atomy
uhlíku nebo jedním až třemi atomy halogenu,
jednou fenoxyskupinou případně substituovanou
jedním až třemi atomy uhlíku, nebo
jednou benzyloxyskupinou případně
substituovanou jedním atomem halogenu,
karbalkoxamethylovou skupinu s 1 až 4 atomy
uhlíku,
alkenylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním až třemi atomy
halogenu,
kyanoskupinu,
alkynylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním atomem
halogenu,
di-alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4
atomy uhlíku v alkylovém řetězci nebo
benzoylovou skupinu případně substituovanou
jedním až třemi atomy halogenu nebo jedním
až třemi alkylovými skupinami s 1 až 4 atomy
uhlíku;
- L znamená atom vodíku, fluoru, chloru nebo bromu;

M a R znamenají nezávisle atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylthioskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, kyanoskupinu, atom fluoru, chloru, bromu, jódu, nitroskupinu, halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, R_1CF_2Z , R_2CO nebo NR_3R_4 , nebo pokud M a R se nacházejí v sousedních polohách a pokud se vezmou s uhlíkovými atomy, na které jsou navázány, budou tvořit kruh, ve kterém MR reprezentuje strukturu:



Z znamená $S(O)_n$ nebo O;

R_1 znamená atom vodíku, fluoru, CHF_2 , CH_2Cl nebo CF_3 ;

R_2 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxy skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo NR_3R_4 ;

R_3 znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku;

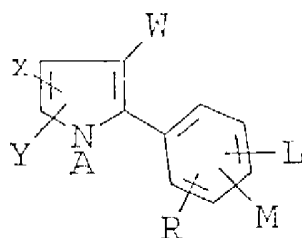
R_4 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo R_5CO ;

R_5 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku;

R_6 , RT , R_8 a R_9 znamenají nezávisle atom vodíku, halogenu nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku; a

m a n znamenají nezávisle celé číslo 0, 1 nebo 2.

Výhodnými arylpyrrolovými sloučeninami vhodnými pro použití v rámci vynálezu jsou sloučeniny obecného vzorce II



(II)

ve kterém mají X, Y, W, A, L, M a R výše definovaný význam.

Výhodnějšími arylpyrrolovými sloučeninami, které jsou zvláště vhodné pro použití v rámci tohoto vynálezu jsou sloučeniny obecného vzorce II, ve kterém X a Y znamenají nezávisle atom chloru, bromu nebo CF_3 ;

W znamená kyanoskupinu;

A znamená alkyxymethylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku;

L znamená atom vodíku nebo fluoru;

M znamená atom vodíku, fluoru, chloru nebo bromu a

R znamená atom fluoru, chloru, bromu, CF_3 nebo OCF_3 .

Dalším důležitým předmětem vynálezu je poskytnout způsob přípravy stabilních arylpyrrolových částic, který zahrnuje:

a) přípravu první směsi obsahující arylpyrrolové částice, dispergační činidlo a vodu;

b) udržení této první směsi v teplotním rozmezí přibližně od 25°C do 80°C s cílem získat vyzrálou směs;

a

c) mletí této vyzrálé směsi s cílem získat stabilizované arylpyrrolové částice.

Způsob podle vynálezu bude dále někdy také označován jako „stabilizační proces“. Stabilizace, v tomto kontextu, označuje udržování relativně konstantní velikosti částic. Stabilní částice, pokud se skladují při pokojové teplotě po dobu tří měsíců nebo po dobu delší v kompozici suspenzního koncentrátu, příliš nezvětšují svůj objem.

Nyní se zjistilo, že v případě, kdy je obsah stabilního polymorfu v arylpyrrolu menší než přibližně 80%, zejména pokud je nižší než přibližně 50% a nejvýhodněji pokud je menší než přibližně 25% hmotnosti, může být stabilita arylpyrrolových částic zlepšena způsobem podle vynálezu. Množství času, potřebné na získání dostatečně vyzrálé směsi, se bude lišit a bude záviset do určité míry na počátečním obsahu krystalické formy, velikosti částic a na teplotě. Způsob podle vynálezu je použitelný zejména pro stabilizaci chlorofenapyrových částic.

Pro překonání problémů, souvisejících s použitím arylpyrrolových částic obsahujících méně stabilní polymorf, je žádoucí podrobit všechny arylpyrrolové částice způsobu podle vynálezu. Stabilizační proces podle vynálezu je zvláště použitelný pro zvýšení stability velikosti částic chlorfenapyru obsahujícího méně než 80% Polymorfu I.

Střední průměr arylpyrrolových částic použitý v rámci způsobu podle vynálezu je výhodně menší než

přibližně 100 μm a výhodněji se pohybuje v rozmezí přibližně od 0,5 μm do 30 μm . Střední průměr stabilizovaných arylpyrrolových částic, připravených stabilizačním způsobem, se pohybuje výhodně v rozmezí přibližně od 0,5 μm do 10 μm a výhodněji přibližně od 0,5 μm až 4 μm .

Dispergační činidla vhodná pro použití v rámci vynálezu zahrnují například soli kondenzačních produktů formaldehydu a sulfonačních produktů polycyklických aromatických sloučenin; soli polyakrylových kyselin; kondenzační produkty mastných kyselin nebo alifatických aminů nebo amidů obsahujících alespoň přibližně 12 atomů uhlíku v molekule s ethylenoxidem a/nebo propylenoxidem; estery mastných kyselin a glycerolu, sorbitan, sacharózu nebo pentaerythritol a jejich kondenzační produkty s ethylenoxidem a/nebo propylenoxidem; kondenzační produkty mastných alkoholů nebo alkylfenolů s ethylenoxidem a/nebo propylenoxidem a jejich sulfáty nebo sulfonáty; soli alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin a kyseliny sírové nebo estery kyseliny sulfonové, obsahující alespoň deset atomů uhlíku v molekule, například laurylsulfonát sodný a dodecylbenzensulfonát.

výhodná dispergační činidla zahrnují soli kondenzačních produktů formaldehydu s produkty sulfonace polycyklických aromatických sloučenin, například soli kondenzačních produktů formaldehydu s naftelensulfonátem, petrolsulfonáty a ligninsulfonáty. Výhodnější dispergační činidla zahrnují natriumsulfonát naftalenformaldehydových kondenzátů, například

MORWET D425 (Witco, Houston, Texas), LOMAR PW (Henkel, Cincinnati, Ohio) a DARVAN 1 (R.T. Vanderbilt Co., Norwalk Connecticut).

U výhodného způsobu podle vynálezu se první směs drží při teplotě pohybující se přibližně v rozmezí od 40°C do 60°C. U dalšího výhodného provedení způsobu podle vynálezu se první směs drží výhodně při této teplotě přibližně 1 až 72 hodin, výhodněji přibližně 2 hodiny až 48 hodin a nejvýhodněji přibližně po dobu 2 až 24 hodin.

První směs podle vynálezu výhodně obsahuje přibližně 10% až 85% hmotnosti arylpyrrolových částic, přibližně 0,1% až 3,5% hmotnosti dispergačního činidla, přibližně 0,5% až 8,5% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně až 25% hmotnosti činidla proti zamrzání, přibližně až 2% hmotnosti činidla proti pění, přibližně až 1% hmotnosti konzervačního činidla, přibližně až 1% hmotnosti zahušťovacího činidla a vodu.

Výhodněji první směs obsahuje 20% až 70% hmotnosti arylpyrrolových částic, které mají střední průměr menší než přibližně 100 μm , 0,5% až 2,5% hmotnosti dispergačního činidla, 1,5% až 6% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně 5% až 20% hmotnosti činidla proti zamrzání, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti činidla proti pění, přibližně 0,01% až 0,5% hmotnosti konzervačního činidla a vodu.

Vynález rovněž poskytuje kompozice suspenzního koncentráту, které obsahují přibližně 10% až 50% hmotnosti stabilizovaných arylpyrrolových částic připravených způsobem podle vynálezu, přibližně 0,1% až 5% hmotnosti dispergačního činidla, 0,5% až 5% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 1% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně 0,01% až 0,5% hmotnosti zahušťovacího činidla, přibližně 5% až 15% hmotnosti činidla proti zamrzání, přibližně až 1% hmotnosti činidla proti pění, přibližně až 0,5% hmotnosti konzervačního činidla a vodu.

Zahušťovací činidla použitelná v rámci vynálezu zahrnují přírodní zahušťovadla, například xanthanový kaučuk, karragenan, pektin, arabskou gumu, guarový kaučuk a pod.; polosyntetická zahušťovadla, například produkty methylace, karboxyalkylační a hydroxyalkylační produkty celulózy nebo derivátů škrobu; syntetická zahušťovadla, například polyakryláty, polymaleináty a polyvinylpyrrolidon, přičemž výhodnými zahušťovacími činidly jsou xanthanová guma, například KELZAN (Kelco, San Diego, California) a RHODOPOL 23 (Rhone-Poulenc, Cranbury, New Jersey).

Činidla bránící zamrzání, která jsou vhodná pro použití v rámci vynálezu, zahrnují emulze silikonových olejů, emulze mastných alkoholů a pod. Konzervační činidla vhodná pro použití v rámci vynálezu zahrnují 1,2-benzisothiazolin-3-on, epichlorohydrin, fenylglycidylether, allylglycidylether, formaldehydové kompozice a pod., přičemž výhodný je 1,2-benzisothiazolin-3-on.

Kompozice suspenzního koncentrátu podle vynálezu mohou být běžným způsobem připraveny smísením arylpyrrolových částic, dispergačního činidla, sterického stabilizátoru, suspenzačního činidla a činidla bránícího zamrzání s vodou za vzniku směsi obsahující stabilizované arylpyrrolové částice, a smísení této směsi obsahující stabilizované arylpyrrolové částice se zahušťovacím činidlem a další vodou za vzniku požadované kompozice suspenzního koncentrátu.

Hodnota pH kompozice suspenzního koncentrátu podle vynálezu výhodně leží v rozmezí od 5 do 9 a výhodněji v rozmezí od 6 do 8. K nastavení požadované pH hodnoty se může použít například kyselina octová, kyselina propionová, kyselina sírová, kyselina fosforečná a kyselina chlorovodíková.

K ještě lepšímu pochopení vynálezu poslouží příklady, které jsou zařazeny v následující části popisu a které tento vynález ilustrují ještě specifičtější způsobem. Je však třeba uvést, že tyto příklady mají pouze ilustrativní charakter a nikterak neomezují rozsah vynálezu, který je jednoznačně vymezen přiloženými patentovými nároky.

Příklady provedení vynálezuPříklad 1Příprava Stabilizovaných chlorfenapyrových částic

Do vody (976 g) se postupně za stálého míchání přidal propylenglykol (331 g), 17% roztok 1,2-benzisothiazolin-3-onu (PROXEL GXL, Zeneca) (6,35 g), 30% emulze silikonu (AF 30 IND, Harcros Chemical Co.) (29,9 g), blokový kopolymer alfa-butyl- ω -hydroxylethylenoxidu a propylenoxidu (TOXIMUL 8320, Stepan Chemical Co.) (132,5 g), natriumsulfonát naftalenformaldehydového kondenzátu (MORWET D425, Witco) (44 g), hlinitokřemičitan hořečnatý (VANGEL ES R.T. Vanderbilt) (22,2 g) a chlorfenapyr (1 542 g, 90% skutečně, 0% Polymorf I). Výsledná směs se míchala až do okamžiku, kdy se stala homogenní a potom se vedla přes zařízení pro mletí za vlhka, čímž se získala směs níže označená jako kompozice číslo 1, která obsahovala chlorfenapyrové částice mající průměr částic přibližně 1,58 μm .

Kompozice číslo 1

<u>Složka</u>	<u>hm/hm ‰</u>
Chlorfenapyr	50,00
MORWET® D425	1,43
TOXIMUL® 8320	4,30
VANGEL® ES	0,72
Propylenglykol	10,73
AF 30 IND®	0,97
PROXEL® GXL	0,21
Voda	31,65

Jednotlivé vzorky kompozice číslo 1 se míchaly při teplotě 40°C, 55°C a 70°C 17 hodin a vedly skrze zařízení pro mletí za vlhka, čímž se získaly kompozice číslo 2, 3 a 4 obsahující stabilizované chlorfenapyrové částice. Kompozice číslo 1 až 4 se následně uložily na dva měsíce při pokojové teplotě a po uplynutí této skladovací doby se změřil střední průměr chlorfenapyrových částic v každé kompozici. Výsledky těchto měření jsou shrnuty v tabulce I.

Jak je patrné z údajů uvedených v tabulce I, střední průměr stabilizovaných chlorfenapyrových částic přítomných v kompozicích číslo 2, 3 a 4 se zvětšuje podstatně nižší měrou, než střední průměr chlorfenapyrových částic v kompozici číslo 1.

TABULKA I

Stabilita chlorfenapyrových částic

Slouč. číslo	Teplota (°C) při 17 hod míchání	Počáteční průměr chlorfenapyrových částic (μm)	Střední průměr chlorfenapyrových částic (μm) po 2 měsíčním skladování při pokojové teplotě
1	N/A	1,58	4,47
2	40	1,42	1,41
3	55	1,49	1,41
4	70	1,50	2,72

Příklad 2Vliv počáteční velikosti chlorfenapyrových částic

Za použití stejného postupu jako v příkladu 1, ale s měnící se velikostí chlorfenapyrových částic přítomných v kompozicích, se získaly kompozice číslo 5 až 7 obsahující stabilizované chlorfenapyrové částice, které se následně držely při teplotě 55°C. Tyto kompozice a kompozice číslo 8, která je identická s kompozicí číslo 1 z příkladu 1 s tou výjimkou, že chlorfenapyrové částice mají střední průměr 1,44 μm, se skladovaly tři týdny při pokojové teplotě. Po uplynutí této skladovací doby se změnil střední průměr

chlorofenapyrových částic v každé kompozici a výsledky se shrnuly do tabulky II.

Jak je patrné z údajů uvedených v tabulce II, střední průměr stabilizovaných chlorfenapyrových částic přítomných v kompozicích číslo 5 až 7 se zvětšuje podstatně nižší měrou, než střední průměr chlorfenapyrových částic přítomných v kompozici číslo 8.

TABULKA II

Vliv počáteční velikosti chlorfenapyrových částic

Kompozice číslo	Střední průměr částic chlorfenapyru (μm) před stabilizací	Počet hodin míchání při 55°C	Střední průměr částic stabilizovaného chlorfenapyru (μm)	Počet týdnů skladování při pokojové teplotě	Konečný střední průměr částic chlorfenapyru (μm)
5	>30	17	1,48	3	2,36
6	4,5	17	1,45	3	1,40
7	2,6	17	1,53	3	1,33
8*	1,44	-	-	3	3,88

* nestabilizováno

Příklad 3Vliv různých délek časových period, při kterých se
kompozice udržuje při teplotě 55°C

Za použití stejného postupu jako v příkladu 1, s tou výjimkou, že se chlorfenapyrové částice přítomné v kompozicích melou na částice se středním průměrem přibližně 4 μm a následně udržují různě dlouhé časové periody při teplotě 55°C, se získaly kompozice číslo 9 až 15 obsahující stabilizované chlorfenapyrové částice, které se následně držely při teplotě 55°C. Tyto kompozice a kompozice nestabilizovaného chlorfenapyru číslo 16, která je identická s kompozicí číslo 1 z příkladu 1, s tou výjimkou, že chlorfenapyrové částice mají střední průměr 1,41 μm , se skladovaly tři měsíce při pokojové teplotě. Po uplynutí této skladovací doby se změnil střední průměr chlorofenapyrových částic v každé kompozici a výsledky se shrnuly do tabulky III.

Jak je patrné z údajů uvedených v tabulce III, střední průměr stabilizovaných chlorfenapyrových částic přítomných v kompozicích číslo 9 až 15 se zvětšuje podstatně nižší měrou, než střední průměr chlorfenapyrových částic přítomných v kompozici číslo 16.

TABULKA III

Vliv různých délek časových period, při kterých se kompozice udržuje při teplotě 55°C

Kompozice číslo	Střední průměr částic chlorfenapyru (μm) před stabilizací	Počet hodin míchání při 55°C	Střední průměr částic stabilizovaného chlorfenapyru (μm)	Konečný střední průměr částic chlorfenapyru (μm) po tříměsíčním skladování při pokojové teplotě
9	4,1	2	1,46	1,92
10	4,1	5	1,41	1,89
11	4,1	9	1,42	1,70
12	4,1	17	1,25	1,38
13	4,0	17	1,41	1,69
14	4,0	24	1,36	1,51
15	4,0	41	1,40	1,47
16*	1,40	-	-	3,94

* nestabilizováno

Příklad 4Vliv různých poměrů chlorfenapyrpolymorfu na skladovací
stabilitu chlorfenapyru

Za použití stejného postupu jako v příkladu 1, ale za použití různých vsádek chlorfenapyrových částic a držení směsi při teplotě 55°C po dobu 17 hodin, se získalo několik kompozic obsahujících stabilizované chlorfenapyrové částice. Tyto kompozice jsou definovány v tabulce IV. Kompozice, obsahující stabilizované chlorfenapyrové částice a příslušná nestabilizovaná kompozice, se uložily po různě dlouhé časové periody při pokojové teplotě. Po uplynutí této skladovací doby se změřil střední průměr chlorofenapyrových částic v každé kompozici a výsledky se shrnuly do tabulky IV.

Jak je patrné z údajů uvedených v tabulce IV, chlorfenapyrové částice přítomné ve stabilizovaných kompozicích připravených za použití chlorfenapyrových částic obsahujících méně než přibližně 80% Polymorfu I, jsou obecně podstatně stabilnější, než chlorfenapyrové částice přítomné v odpovídajících nestabilizovaných kompozicích.

TABULKA IV

Vliv různých poměrů chlorfenapyrpolymorfu na skladovací stabilitu chlorfenapyru

Kompozice číslo	% Polymorfu I	Střední průměr částic chlorfenapyru (μm) před stabilizací	Střední průměr částic stabilizovaného chlorfenapyru (μm)	Počet týdnů skladování při pokojové teplotě	Konečný střední průměr částic chlorfenapyru (μm)
17	0	3,7	1,45	1	1,38
	0	1,55	nestabilizováno	1	15,04
18	0	3,3	1,51	3	1,51
	0	1,45	nestabilizováno	3	1,56
19	14	4,4	1,39	8 dní	1,88
	14	1,36	nestabilizováno	1	2,41
20	14	1,9	1,53	12	1,48
	14	1,45	nestabilizováno	12	2,10
21	20	2,8	1,76	6	1,97
	20	1,32	nestabilizováno	6	5,05

TABULKA IV (pokračování)

Vliv různých poměrů chlorfenapyrpolymorfu na skladovací stabilitu chlorfenapyru

Kompozice číslo	% Polymorfu I	Střední průměr částic chlor- fenapyru (μm) před stabilizací	Střední průměr částic stabilizovaného chlorfenapyru (μm)	Počet týdnů skladování při pokojové teplotě	Konečný střední průměr částic chlorfenapyru (μm)
22	20	3,1	1,76	6	1,64
	20	1,63	nestabilizováno	6	2,55
23	20	4,0	1,37	2	1,28
	20	1,18	nestabilizováno	2	1,25
24	23	3,5	1,37	9 dní	2,75
	23	1,55	nestabilizováno	11 dní	5,82
25	55	3,4	1,56	12	1,75
	55	1,47	nestabilizováno	12	1,84
26	56	4,5	1,48	12	1,48
	56	1,55	nestabilizováno	12	1,59

TABULKA IV (pokračování)

Vliv různých poměrů chlorfenapyrpolymorfu na skladovací stabilitu chlorfenapyru

Kompozice číslo	% Polymorfu I	Střední průměr částic chlor- fenapyru (μm) před stabilizací	Střední průměr částic stabilizovaného chlorfenapyru (μm)	Počet týdnů skladování při pokojové teplotě	Konečný střední průměr částic chlorfenapyru (μm)
27	65	3,2	1,45	16	1,55
	65	1,42	nestabilizováno	16	1,54
28	76	2,9	1,38	3	1,45
	76	1,01	nestabilizováno	3	1,36
29	80	3,4	1,66	6	1,62
	80	1,45	nestabilizováno	6	1,39
30	87	2,9	1,56	12	1,63
	87	1,71	nestabilizováno	12	1,71

Příklad 5Vliv různých polymorfových poměrů na skladovací
stabilitu kompozic chlorfenapyrových suspenzních
koncentrátů

Do vody (2 152 g) se postupně za stálého míchání přidal propylenglykol (730 g), 17% roztok 1,2-benzisothiazolin-3-onu (PROXEL GXL, Zeneca) (14,0 g), 30% emulze silikonu (AF 30 IND, Harcros Chemical Co.) (66,0 g), blokový kopolymer alfa-butyl- ω -hydroxyethylenoxidu a propylenoxidu (TOXIMUL 8320, Stepan Chemical Co.) (292 g), natriumsulfonát naftalenformaldehydového kondenzátu (MORWET D425, Witco) (97,0 g), hlinitokřemičitan hořečnatý (VANGEL ES R.T. Vanderbilt) (49,0 g) a chlorfenapyr (3 400 g, 90% skutečně, poměr Polymorfu I ku Polymorfu II 6,7 : 1). Výsledná směs se míchala až do okamžiku, kdy se stala homogenní a potom se vedla přes zařízení pro mletí za vlhka, čímž se získala mletá báze, ve které mají chlorfenapyrové částice střední průměr přibližně 1,5 μ m. Tato mletá báze se umístila do nádoby, míchala a její pH hodnota se pomocí kyseliny octové (19,0 g) nastavila na pH 6,5 až 7,2. 1% gel xanthanové gumy (1 459 g) předem připravený z xanthanové gumy (15,0 g), 17% roztoku 1,2-benzisothiazolin-3-onu (PROXEL GXL, Zeneca) (1,0 g) a vody (1 443 g)) a voda se přidaly do rozemleté báze s nastavenou pH hodnotou a v míchání se pokračovalo až do okamžiku, kdy se získala kompozice suspenzního koncentrátu, která je níže označena jako kompozice číslo 31.

Kompozice číslo 31

<u>Složka</u>	<u>hm/hm %</u>
Chlorfenapyr ¹	34,94
MORWET [®] D425	1,00
TOXIMUL [®] 8320	3,00
VANGEL [®] ES	0,50
Propylenglykol	7,50
AF 30 IND [®]	0,68
PROXEL [®] GXL	0,15
Xanthanový kaučuk	0,15
Kyselina octová	0,20
Voda	51,88

¹ poměr Polymorfu I ku Polymorfu II je 6,7 : 1

Za použití stejného postupu, ale za použití odlišných poměrů Polymorfu I ku Polymorfu II se připravily kompozice suspenzních koncentrátů označené v níže uvedené tabulce V jako kompozice číslo 32 až 38. Vzorky kompozic suspenzních koncentrátů se skladovaly při pokojové teplotě po různě dlouhé časové periody. Po uplynutí této skladovací doby se změřil střední průměr chlorofenapyrových částic v každé kompozici a výsledky se shrnuly do tabulky V.

Jak je patrné z údajů uvedených v tabulce V, chlorofenapyrové částice mající poměr Polymorfu I ku Polymorfu II větší, než přibližně 1 : 4 (kompozice číslo 31 až 35), jsou podstatně stabilnější než chlorofenapyrové částice, jejichž poměr Polymorfu I ku Polymorfu II se pohybuje v rozmezí od 1 : 4 do 0 : 1 (kompozice číslo 36 až 38).

TABULKA V

Vliv různých polymorfových poměrů na skladovací stabilitu kompozic chlorfenapyrových suspenzních koncentrátů

Kompozice číslo	Poměr: Polymorfu I ku Polymorfu II	Počáteční střední průměr částic chlorfenapyru (μm)	Počet týdnů skladování při pokojové teplotě	Konečný střední průměr částic chlorfenapyru (μm)	% zvětšení/ (zmenšení) středního průměru částic chlorfenapyru
31	6,7:1	1,55	4	1,38	(12)
32	2:1	1,59	8	1,40	(11)
33	1:1	1,96	3	2,26	15
			8	2,03	4
34	1:1,3	1,55	8	1,59	3
35	1:3	2,3	3	2,77	20
			8	2,41	5
36	1:4	1,32	6	5,05	283

TABULKA V (pokračování)

Vliv různých polymorfových poměrů na skladovací stabilitu kompozic chlorfenapyrových suspenzních koncentrátů

Kompozice číslo	Poměr Polymorfu I ku Polymorfu II	Počáteční střední průměr částic chlorfenapyru (μm)	Počet týdnů skladování při pokojové teplotě	Konečný střední průměr částic chlorfenapyru (μm)	% zvětšení/ (zmenšení) středního průměru částic chlorfenapyru
37	1:6,1	1,58	4	2,49	58
			8	2,57	63
			12	2,60	65
38	0:1	1,56	1	7,93	408
			4	7,06	353
			8	7,27	360

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob přípravy stabilních arylpyrrolových částic, v y z n a č e n ý t í m , že zahrnuje

a) připravení první směsi obsahující arylpyrrolové částice, dispergační činidlo a vodu;

b) udržení této první směsi v teplotním rozmezí přibližně od 25°C do 80°C s cílem získat vyzrálou směs;

a

c) mletí této vyzrálé směsi s cílem získat stabilizované arylpyrrolové částice.

2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že arylpyrrolové částice mají v kroku (a) střední průměr menší přibližně než 100 μm .

3. Způsob podle nároku 2, v y z n a č e n ý t í m , že arylpyrrolové částice mají střední průměr přibližně 0,5 μm až 30 μm .

4. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že se první směs drží v tomto teplotním rozmezí 1 až 72 hodin.

5. Způsob podle nároku 4, v y z n a ě n ý t í m, že se první směs drží v tomto teplotním rozmezí 2 až 48 hodin.

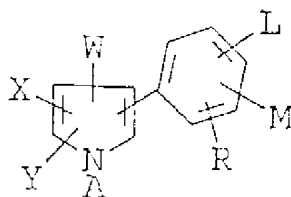
6. Způsob podle nároku 4, v y z n a ě n ý t í m, že se první směs drží v tomto teplotním rozmezí 2 až 24 hodin.

7. Způsob podle některého z předcházejících nároků 1 až 6, v y z n a ě n ý t í m, že uvedeným teplotním rozmezím je rozmezí přibližně od 40°C do 60°C.

8. Způsob podle nároku 1, v y z n a ě n ý t í m, že uvedeným dispergačním činidlem je sůl kondenzačních produktů formaldehydu se sulfonačními produkty polycyklických aromatických sloučenin.

9. Způsob podle některého z nároků 1 až 8, v y z n a ě n ý t í m, že uvedeným dispergačním činidlem je natriumsulfonát naftalenformaldehydových kondenzátů.

10. Způsob podle některého z nároků 1 až 9, v y z n a ě n ý t í m, že uvedený arylpyrrol má obecný strukturní vzorec



ve kterém

- X znamená atom vodíku, fluoru, chloru, bromu, jódu, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo $S(O)_m(C_1-C_4\text{halogenalkylovou})$ skupinu;
- Y znamená atom fluoru, chloru, bromu, jódu, halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo kyanoskupinu;
- W znamená kyanoskupinu nebo nitroskupinu;
- A znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku případně substituovanou jedním nebo třemi halogenovými atomy, jednou kyanoskupinou, jednou alkoxykupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, jednou alkylthioskupinou s 1 až 4 atomy uhlíku, jednou fenylovou skupinou případně substituovanou alkylovou skupinou s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxykupinou s 1 až 3 atomy uhlíku nebo jedním až třemi atomy halogenu, jednou fenoxyskupinou případně substituovanou jedním až třemi atomy uhlíku, nebo jednou benzyloxyskupinou případně substituovanou jedním atomem halogenu, karbalkoxamethylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku,

alkenylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním až třemi atomy
halogenu,

kyanoskupinu,

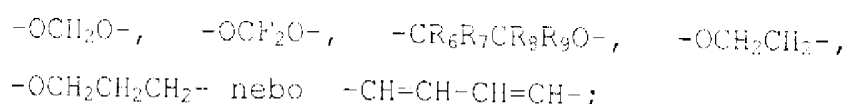
alkynylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním atomem halogenu,

di-alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 atomy
uhlíku v alkylovém řetězci nebo

benzoylovou skupinu případně substituovanou jedním
až třemi atomy halogenu nebo jedním až třemi
alkylovými skupinami s 1 až 4 atomy uhlíku;

L znamená atom vodíku, fluoru, chloru nebo bromu;

M a R znamenají nezávisle atom vodíku, alkylovou
skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxylovou
skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylthioskupinu s
1 až 3 atomy uhlíku, alkylsulfinylovou skupinu s 1
až 3 atomy uhlíku, alkylsulfonylovou skupinu s 1
až 3 atomy uhlíku, kyanoskupinu, atom fluoru,
chloru, bromu, jódu, nitroskupinu,
halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,
 R_1CF_2Z , R_2CO nebo NR_3R_4 , nebo pokud M a R se
nacházejí v sousedních polohách a pokud se vezmou
s uhlíkovými atomy, na které jsou navázány, budou
tvořit kruh, ve kterém MR reprezentuje
strukturu:



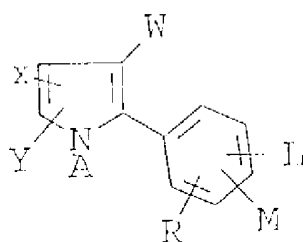
Z znamená $S(O)_n$ nebo O;

R_1 znamená atom vodíku, fluoru, CHF_2 , $CHFCl$ nebo
 CF_3 ;

R_2 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku,
alkoxyskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo NR_3R_4 ;

- R_2 znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku;
- R_4 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo R_5CO ;
- R_5 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku;
- R_6 , R_7 , R_8 a R_9 znamenají nezávisle atom vodíku, halogenu nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku; a
- m a n znamenají nezávisle celé číslo 0,1 nebo 2.

11. Způsob podle některého z nároků 1 až 10, v y z n a č e n ý t í m, že uvedený arylpyrrol má obecný strukturní vzorec



12. Způsob podle nároku 11, v y z n a č e n ý t í m, že X a Y znamenají nezávisle atom chloru, bromu nebo CF_3 ;

- W znamená kyanoskupinu
- A znamená alkyloxymethylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku;
- L znamená atom vodíku nebo fluoru;
- M znamená atom vodíku, fluoru, chloru nebo bromu a
- R znamená atom fluoru, chloru, bromu, CF_3 nebo OCF_3 .

13. Způsob podle nároku 11, v y z n a č e n ý t í m, že uvedeným arylpyrrolem je chlorfenapyr.

14. Způsob podle nároku 13, v y z n a č e n ý t í m, že chlorfenapyrové částice v první směsi obsahují méně než 80 procent Polymorfu I.

15. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m, že první směs obsahuje přibližně 10% až 85% hmotnosti arylpyrrolových částic, přibližně 0,1% až 3,5% hmotnosti dispergačního činidla, přibližně 0,5% až 8,5% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně až 25% hmotnosti činidla proti zamrzání, přibližně až 2% hmotnosti činidla proti pění, přibližně až 1% hmotnosti konzervačního činidla, přibližně až 1% hmotnosti zahušťovacího činidla a vodu.

16. Způsob podle nároku 15, v y z n a č e n ý t í m, že první směs obsahuje 20% až 70% hmotnosti arylpyrrolových částic, které mají střední průměr menší než přibližně 100 μm , 0,5% až 2,5% hmotnosti dispergačního činidla, 1,5% až 6% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně 5% až 20% hmotnosti činidla proti zamrzání, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti činidla proti pění, přibližně 0,01% až 1% hmotnosti konzervačního činidla a vodu.

17. Způsob podle nároku 15, v y z n a č e n ý t í m, že uvedeným dispergačním činidlem je sůl kondenzačních produktů formaldehydu s sulfonačními produkty polycyklických aromatických sloučenin; sterickým stabilizátorem je blokový kopolymer ethylenoxidu a propylenoxidu; suspenzační činidlo se zvolí ze skupiny zahrnující hlinitokřemičitan hořečnatý, křemičitan hořčíku a hlinitokřemičitan; činidlem bránícím zamrzání je glykol; a zahušťovací činidlo se zvolí ze skupiny zahrnující xanthanovou gumu, karragenan, pektin, arabskou gumu a guarový kaučuk.

18. Způsob podle nároku 17, v y z n a č e n ý t í m, že uvedeným dispergačním činidlem je natriumsulfonát naftalenformaldehydových kondenzátů, sterickým stabilizátorem je blokový kopolymer α -butyl- ω -hydroxyethylenoxidu a propylenoxidu, suspenzačním činidlem je křemičitan hlinitohořečnatý, činidlem bránícím zamrzání je propylenglykol a zahušťujícím činidlem je xanthanová guma.

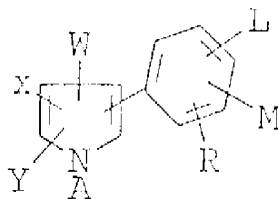
19. Stabilní arylpyrrolové částice připravené způsobem podle některého z nároků 1 až 18.

20. Kompozice tvořená suspenzním koncentrátem, v y z n a č e n á t í m, že obsahuje přibližně 10% až 50% hmotnosti stabilizovaných arylpyrrolových částic

připravených způsobem podle nároku 1, přibližně 0,1% až 2% hmotnosti dispergačního činidla, 0,5% až 5% hmotnosti sterického stabilizátoru, přibližně 0,1% až 1% hmotnosti suspenzačního činidla, přibližně 0,01% až 0,5% hmotnosti zahušťovacího činidla, přibližně 5% až 15% hmotnosti činidla bránícího zamrzání, přibližně až 1% hmotnosti činidla proti pění, přibližně až 0,5% hmotnosti konzervačního činidla a vodu.

21. Kompozice podle nároku 20, v y z n a ě n á t í m, že stabilní arylpyrrolové částice mají střední průměr přibližně 0,5 μm až 10 μm .

22. Stabilní arylpyrrolová částice obsahující arylpyrrol, který může existovat alespoň jako dva různé polymorfy, z nichž alespoň jeden má při skladování ve formě suspenze při pokojové teplotě stabilní velikost částic, v y z n a ě n á t í m, že poměr stabilního polymorfu ku nestabilnímu polymorfu v uvedené částici je větší než přibližně 1 : 4 a uvedený arylpyrrol má obecný vzorec



ve kterém

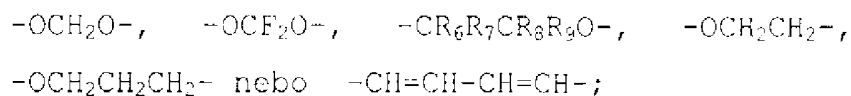
X znamená atom vodíku, fluoru, chloru, bromu, jódu,

- halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku
nebo $S(O)_m(C_1-C_4\text{halogenalkylovou})$ skupinu;
- Y znamená atom fluoru, chloru, bromu, jódu,
halogenalkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku
nebo kyanoskupinu;
- W znamená kyanoskupinu nebo nitroskupinu;
- A znamená alkylovou skupinu s 1 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním nebo třemi
halogenovými atomy,
jednou kyanoskupinou,
jednou alkoxykupinou s 1 až 4 atomy uhlíku,
jednou alkylthioskupinou s 1 až 4 atomy uhlíku,
jednou fenylovou skupinou případně substituovanou
alkylovou skupinou s 1 až 3 atomy uhlíku,
alkoxykupinou s 1 až 3 atomy uhlíku nebo jedním
až třemi atomy halogenu,
jednou fenoxyskupinou případně substituovanou
jedním až třemi atomy uhlíku, nebo
jednou benzyloxyskupinou případně substituovanou
jedním atomem halogenu,
karbalkoxamethylovou skupinu s 1 až 4 atomy
uhlíku,
alkenylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním až třemi atomy
halogenu,
kyanoskupinu,
alkynylovou skupinu se 3 až 4 atomy uhlíku
případně substituovanou jedním atomem halogenu,
di-alkylaminokarbonylovou skupinu s 1 až 4 atomy
uhlíku v alkylovém řetězci nebo

benzoylovou skupinu případně substituovanou jedním až třemi atomy halogenu nebo jedním až třemi alkylovými skupinami s 1 až 4 atomy uhlíku;

L znamená atom vodíku, fluoru, chloru nebo bromu;

M a R znamenají nezávisle atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylthioskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylsulfinylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkylsulfonylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, kyanoskupinu, atom fluoru, chloru, bromu, jódu, nitroskupinu, halogenalkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, R_1CF_2Z , R_2CO nebo NR_3R_4 , nebo pokud M a R se nacházejí v sousedních polohách a pokud se vezmou s uhlíkovými atomy, na které jsou navázány, budou tvořit kruh, ve kterém MR reprezentuje strukturu:



Z znamená $S(O)_n$ nebo O;

R_1 znamená atom vodíku, fluoru, CHF_2 , $CHFC1$ nebo CF_3 ;

R_2 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku, alkoxyskupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo NR_3R_4 ;

R_3 znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku;

R_4 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku nebo R_5CO ;

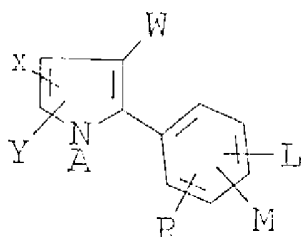
R_5 znamená alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku;

R_6 , R_7 , R_8 a R_9 znamenají nezávisle atom vodíku,

halogenu nebo alkylovou skupinu s 1 až 3 atomy uhlíku; a

m a n znamenají nezávisle celé číslo 0,1 nebo 2.

23. Částice podle nároku 22, v y z n a č e n á t í m, že uvedený arylpyrrol má obecný strukturní vzorec



24. Částice podle nároku 22, v y z n a č e n á t í m, že uvedený arylpyrrol znamená chlorfenapyr a uvedeným stabilním polymorfem je Polymorf I.

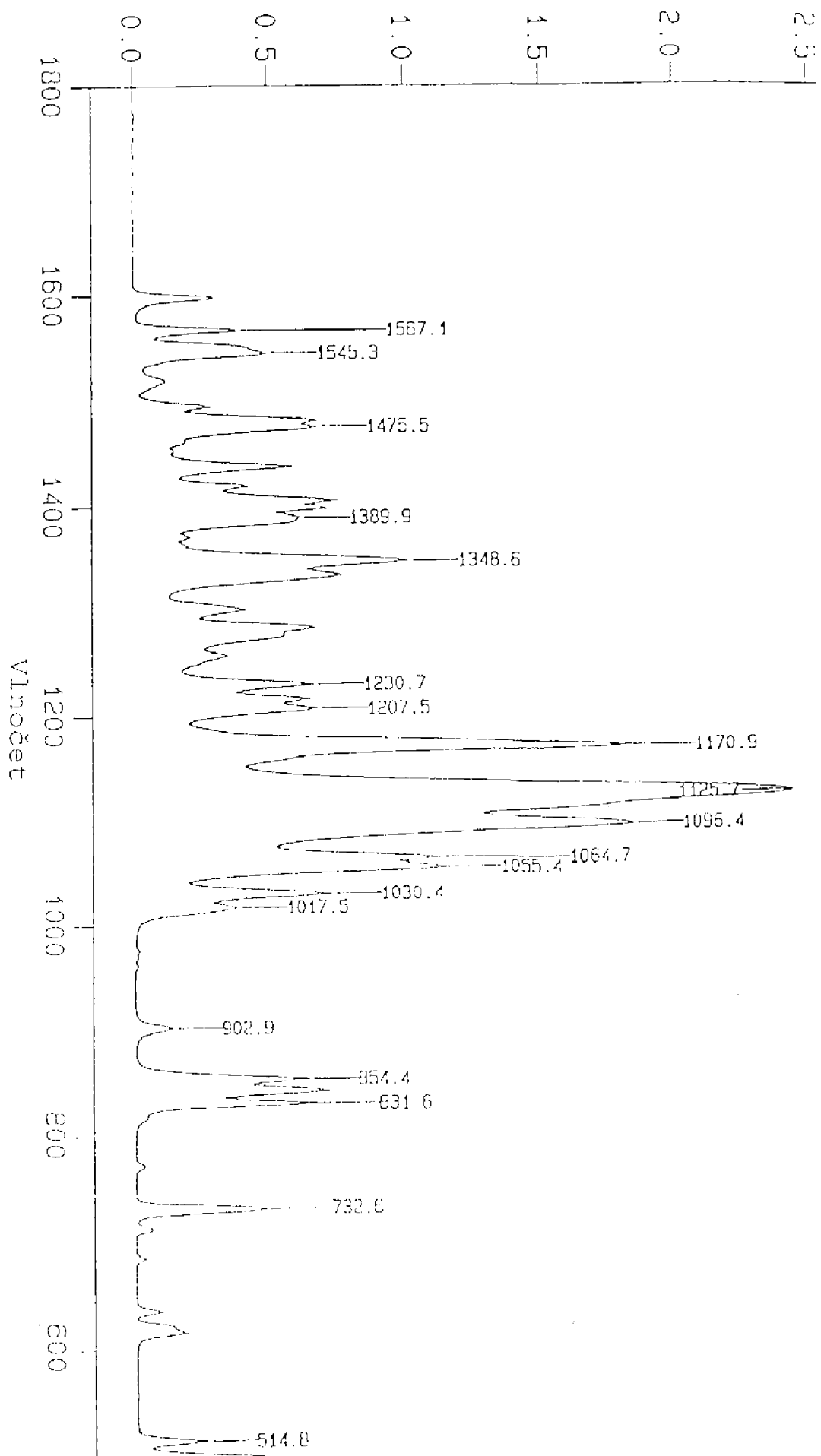
25. Částice podle nároku 22, v y z n a č e n á t í m, že uvedený poměr se pohybuje přibližně v rozmezí 1 : 1 do 1 : 0.

26. Kompozice obsahující arylpyrrolovou částicí podle některého z nároků 22 až 25.

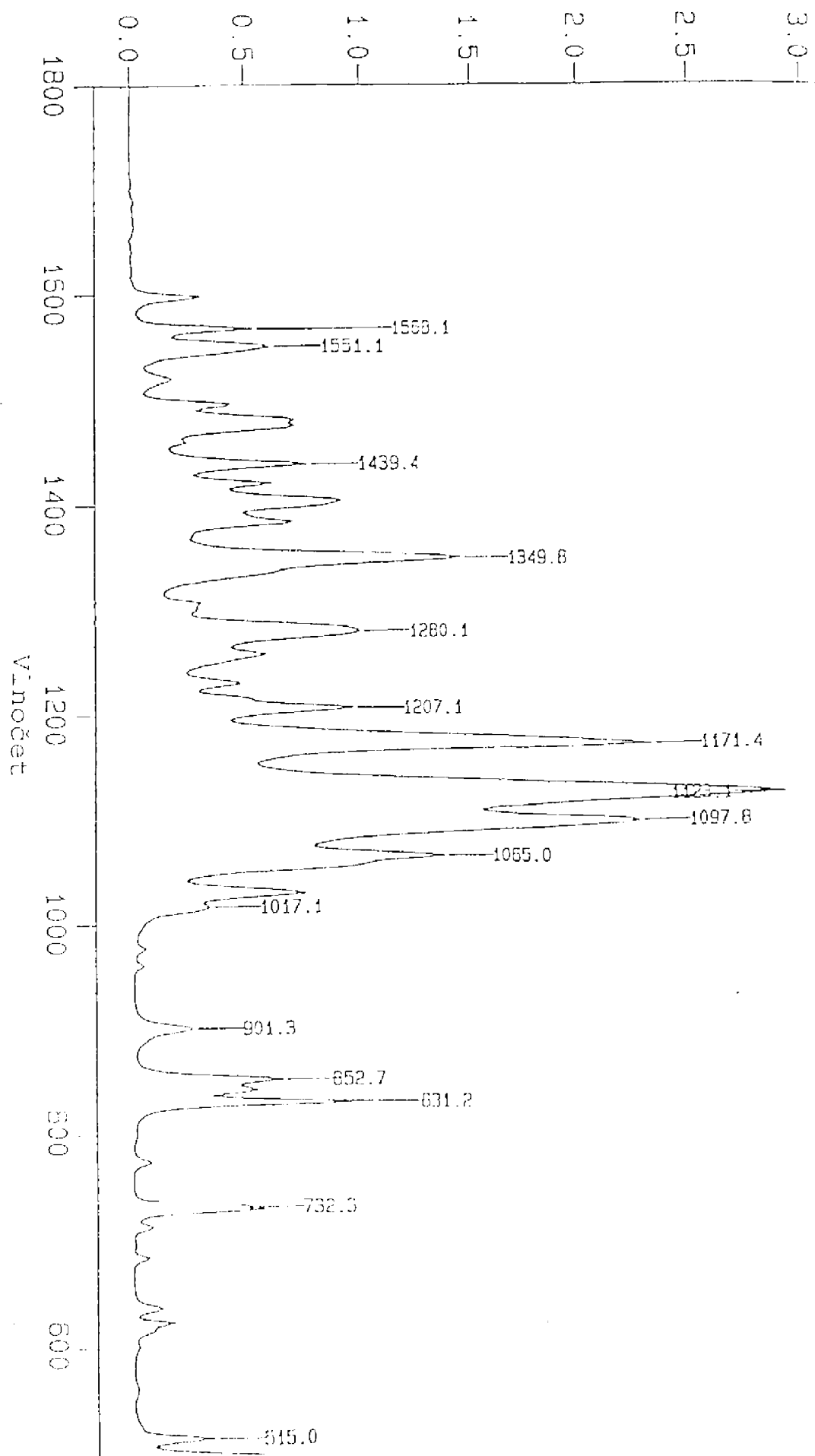
27. Kompozice obsahující přibližně 10% až 50% hmotnosti arylpyrrolových částic podle nároku 27,

přibližně 0,1% až 2% hmotnosti dispergačního činidla,
0,5% až 5% hmotnosti sterického stabilizátoru,
přibližně 0,1% až 1% hmotnosti suspenzačního činidla,
přibližně 0,01% až 0,5% hmotnosti zahušťovacího
činidla, přibližně 5% až 15% hmotnosti činidla
bránícího zamrzání, přibližně až 1% hmotnosti činidla
proti pění, přibližně až 0,5% hmotnosti konzervačního
činidla a vodu.

Zastupuje:



Obz. 1



Obr. 2