

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202293037** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2022.12.08

(51) Int. Cl. *A01N 43/653* (2006.01)
C07D 249/12 (2006.01)
A01N 25/08 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2021.04.22

(54) **ФУНГИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ**

(31) **2006033.1**

(32) **2020.04.24**

(33) **GB**

(86) **PCT/GB2021/050961**

(87) **WO 2021/214463 2021.10.28**

(71) Заявитель:

**ЮПЛ КОРПОРЕЙШН ЛИМИТЕД
(MU); ЮПЛ ЮРОП ЛТД (GB)**

(72) Изобретатель:

**Хэйнс Робби, Флуд Чарли Джеймс
(MU)**

(74) Представитель:

**Ловцов С.В., Вилесов А.С., Гавриков
К.В., Коптева Т.В., Левчук Д.В.,
Стукалова В.В. (RU)**

(57) Изобретение относится к стабильной фунгицидной композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид и по меньшей мере одну слабую кислоту. В частности, в настоящем изобретении обеспечена композиция, содержащая коназольный фунгицид, слабую кислоту и воду, в форме диспергируемых в воде гранул. В настоящем изобретении дополнительно обеспечен процесс получения фунгицидной композиции, ее применение и способ нанесения фунгицидных композиций для борьбы с вредителями.

A1

202293037

202293037

A1

НАЗВАНИЕ: ФУНГИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ

Область применения изобретения: Настоящее изобретение относится к фунгицидным композициям и к процессу получения фунгицидных композиций, а также к их применению для борьбы с вредителями.

Предпосылки создания изобретения

Фунгициды представляют собой конкретные типы агрохимикатов, которые широко используются для контроля грибковых болезней путем подавления или уничтожения грибов, вызывающих болезни. 1,2,4-триазол и его производные представляют собой один из наиболее биологически активных классов соединений, обладающих широким спектром активности. Эти триазольные фунгициды представляют собой экономически важные агрохимикаты, поскольку их широко применяют на таких сельскохозяйственных культурах как пшеница, ячмень, соя и плоды фруктовых деревьях, и они обладают защитными, лечебными и уничтожающими свойствами. Триазольный фунгицид, имеющий особое значение, представляет собой 2-[2-(1-хлорциклопропил)-3-(2-хлорфенил)-2-гидроксипропил]-2, 4-дигидро-[1,2,4]-триазол-3-тион. Общее название данного триазолиантионового фунгицида — протиоконазол. Протиоконазол представляет собой ингибитор деметилирования стерола (биосинтеза эргостерола) и применяется в сельском хозяйстве в основном в качестве фунгицида.

На рынке доступны различные жидкие и твердые композиции на основе протиоконазола. Создание состава протиоконазола в приемлемой форме представляет собой проблематичный процесс, поскольку он требует дополнительного внимания не только к тщательному подбору входящих в состав ингредиентов, но и к процессу получения таких составов.

Разработчики рецептур часто выбирают твердые составы, такие как диспергируемые в воде гранулы или сухие текучие среды, поскольку они представляют собой относительно более безопасные и коммерчески привлекательные альтернативы для смачивающихся порошков и суспензионных концентратов. Такие составы становятся все более популярными из-за удобства их упаковки и применения, поскольку представляют собой беспылевые сыпучие гранулы, которые должны быстро диспергироваться при добавлении в воду в распылительном баке. Таким образом, они представляют собой технологическое улучшение по сравнению со смачивающимися порошками и имитируют жидкости в отношении особенностей обработки с минимальной проблемой

с утилизацией упаковки.

Гранулирование как методика увеличения частиц посредством агломерации представляет собой одну из наиболее существенных типовых операций при производстве большинства твердых составов, таких как диспергируемые в воде гранулы и сухие текучие среды. В процессе гранулирования немногочисленные мелкие или крупные частицы преобразуют в крупные агломераты, называемые гранулами. По существу гранулирование начинается после первоначального сухого смешивания необходимых порошковых ингредиентов вместе с активным ингредиентом (AI) таким образом, чтобы обеспечивалось равномерное распределение каждого ингредиента по порошковой смеси.

Гранулы получают для повышения однородности активного ингредиента в конечном продукте с целью увеличения плотности смеси таким образом, чтобы она занимала меньше объема на единицу массы для лучшего хранения и транспортировки, облегчения учета количества или объемного дозирования и уменьшения пыли в процессе гранулирования для уменьшения токсичности и связанных с технологическим процессом рисков, а также для улучшения внешнего вида продукта. Следовательно, идеальные особенности гранул включают в себя узкое распределение частиц по размерам для однородности содержимого и объемного дозирования, достаточное количество мелких частиц для заполнения пустот между гранулами для лучших характеристик уплотнения и сжатия, а также достаточную влажность и твердость для предотвращения разрушения.

В отсутствие достаточной влажности и твердости гранулы становятся более хрупкими. Для специалистов в данной области и в науке гранулирования термин «хрупкость» описывает склонность гранулы к разрушению. Когда гранулы демонстрируют высокую хрупкость, они легко крошатся. Это нежелательно. Очень хрупкие гранулы сложно перемещать во время производства, а также сложно упаковывать и транспортировать. Разработчики рецептур обоснованно ожидают, что их гранулы не разрушатся и останутся целыми. Дополнительно было отмечено, что очень хрупкие гранулы плохо истираются и способствуют большей пыльности. Оба этих свойства являются нежелательными с точки зрения перспективы разработки составов.

Составы протиоконазола часто готовят в виде жидких и твердых композиций. Задача при разработке стабильной твердой композиции протиоконазола заключается в выборе

критически важных ингредиентов и правильной обработке, обеспечивающей получение гранул с оптимальной хрупкостью, способных выдерживать внешние факторы и противостоять потере целостности гранул. Гранулы с хорошей устойчивостью к истиранию и низкой пыльностью обеспечивают возможность сохранения целостности гранул после изготовления, а также во время транспортировки и хранения. Таким образом, существует потребность в разработке стабильной композиции протиоконазола, в особенности в форме твердой композиции.

Цели изобретения

Целью настоящего изобретения является обеспечение стабильной композиции протиоконазола.

Целью настоящего изобретения является обеспечение стабильной твердой композиции протиоконазола.

Целью настоящего изобретения является обеспечение стабильной композиции протиоконазола, обладающей оптимальной хрупкостью и хорошей устойчивостью к истиранию.

Еще одной целью настоящего изобретения является обеспечение процесса получения стабильной композиции протиоконазола.

Изложение сущности изобретения

В аспекте настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит:

- a) по меньшей мере один коназольный фунгицид; и
- b) по меньшей мере одну слабую кислоту.

В другом аспекте в настоящем изобретении обеспечена композиция, содержащая коназольный фунгицид, слабую кислоту и воду.

В другом аспекте настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит:

- a) по меньшей мере один коназольный фунгицид;
- b) по меньшей мере одну слабую кислоту; и
- c) по меньшей мере один другой фунгицид, выбранный из стробилуринового фунгицида или пирозолкарбоксамидного фунгицида.

В другом аспекте настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит:

- a) по меньшей мере один коназольный фунгицид;
- b) по меньшей мере одну слабую кислоту;
- c) по меньшей мере один другой фунгицид, выбранный из стробилуринового фунгицида или пиразолкарбоксамидного фунгицида; и
- d) воду.

В аспекте настоящего изобретения обеспечен процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает смешивание слабой кислоты с коназольным фунгицидом.

В аспекте настоящего изобретения обеспечен процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает смешивание слабой кислоты с водой и добавление смеси слабой кислоты и воды к коназольному фунгициду.

В аспекте настоящего изобретения обеспечен процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает смешивание слабой кислоты с коназольным фунгицидом и составление смеси в приемлемой форме с использованием приемлемого оборудования.

В аспекте настоящего изобретения обеспечен процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает получение смеси коназольного фунгицида, необязательно с другими активными ингредиентами или эксципиентами, и смешивание слабой кислоты со смесью, содержащей коназольный фунгицид.

В аспекте настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает:

- (a) получение смеси слабой кислоты с водой;
- (b) отдельно получение смеси коназольного фунгицида, необязательно с другими активными ингредиентами или эксципиентами;
- (c) добавление смеси, полученной на этапе (1), к смеси, полученной на этапе (2); и
- (d) составление смеси в приемлемой форме с использованием приемлемого

оборудования.

В другом аспекте настоящего изобретения способ борьбы с вредителями включает нанесение на область, подлежащую обработке, композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид и по меньшей мере одну слабую кислоту.

В другом аспекте настоящего изобретения обеспечен способ борьбы с вредителями, причем указанный способ включает нанесение на область, подлежащую обработке, композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид, по меньшей мере одну слабую кислоту и воду.

В аспекте настоящего изобретения обеспечено применение композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид и по меньшей мере одну слабую кислоту.

В аспекте настоящего изобретения обеспечено применение композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид, по меньшей мере одну слабую кислоту и воду.

В другом аспекте настоящего изобретения обеспечен набор, включающий в себя композицию, содержащую по меньшей мере один коназольный фунгицид и по меньшей мере одну слабую кислоту.

Дополнительные признаки и преимущества настоящего изобретения станут понятными из приведенного ниже подробного описания, в котором в качестве примера представлены наиболее предпочтительные признаки настоящего изобретения, которые не следует рассматривать как ограничивающие объем изобретения, описанного в настоящем документе.

Краткое описание графических материалов:

На Фиг. 1 показаны различные этапы экструзионного процесса для получения гранул.

На Фиг. 2А и 2В показаны сравнительные изображения теста, полученного путем добавления слабой кислоты и без добавления слабой кислоты соответственно.

Подробное описание изобретения

В процессе экструзии гранул протиоконазола основной проблемой является проблема хрупкости. Несмотря на перебор множества комбинаций поверхностно-активных веществ, наполнителей и технологических добавок, полученные гранулы оказались очень хрупкими, поэтому они разрушались сразу после экструзии. В дополнительных испытаниях экструдированные гранулы становились слишком влажными, так что вода

сочилась из теста при экструзии. Установлено, что такие гранулы при сушке после экструзии имели худшую устойчивость к истиранию и плохую пыльность. Неожиданно авторы настоящего изобретения обнаружили, что гранулы с оптимальной хрупкостью можно получать посредством добавления по меньшей мере одной слабой кислоты, необязательно с водой, к коназольному фунгициду, используемому для получения теста. Оказалось, что такие гранулы, полученные с использованием слабой кислоты с водой, имели большую устойчивость к истиранию и приемлемый уровень пыльности.

Растворимость протиоконазола зависит от рН. Авторы настоящего изобретения обнаружили, что при регулировании рН протиоконазола с использованием смеси слабой кислоты и воды и последующем гранулировании такого рН-сбалансированного протиоконазола полученные таким образом экструдированные гранулы обладали оптимальной хрупкостью и проходили все проверки качества. Такое регулирование рН с использованием смеси слабой кислоты с водой, используемой для гранулирования протиоконазола, имеет неожиданное преимущество, которое заключается в резком улучшении хрупкости гранул, хорошей устойчивости к истиранию и приемлемой пыльности.

Таким образом, настоящее изобретение относится к стабильной фунгицидной композиции, содержащей:

- а) по меньшей мере один коназольный фунгицид; и
- б) по меньшей мере одну слабую кислоту;

В соответствии с одним вариантом осуществления настоящего изобретения коназольный фунгицид выбран из группы, включающей триазольные фунгициды и имидазольные фунгициды, их соли или сложные эфиры, или их изомеры или производные.

В соответствии с одним вариантом осуществления настоящего изобретения триазольные фунгициды выбраны из группы, содержащей азаконазол, бромуконазол, ципроконазол, диклбутразол, дифеноконазол, диниконазол, диниконазол-М, эпоксиконазол, этаконазол, фенбуконазол, флуконазол, флухинконазол, флусилазол, флутриафол, фурконазол, фурконазол-цис, гексаконазол, имибенконазол, ипконазол, ипфентрифлуконазол, мефентрифлуконазол, метконазол, миклобутанил, пенконазол, пропиконазол, протиоконазол, хинконазол, симеконазол, тебуконазол, тетраконазол, тиабендазол (триазол), триадимефон, триадименол, тритиконазол, униканазол и униканазол-Р, их соли или сложные эфиры, или их изомеры или производные.

В соответствии с одним вариантом осуществления настоящего изобретения имидазольные фунгициды выбраны из группы, включающей климбазол, клотримазол, имазалил, окспоконазол, прохлораз и трифлумизол, их соли или сложные эфиры, их изомеры или производные.

В соответствии с предпочтительным вариантом осуществления настоящего изобретения коназольные фунгициды выбраны из протиоконазола, ципроконазола, гексаконазола и тебуконазола, их солей или сложных эфиров, или их изомеров или производных.

В соответствии с наиболее предпочтительным вариантом осуществления настоящего изобретения коназольный фунгицид представляет собой протиоконазол ((2-(2-(1-хлорциклопропил)-3-(2-хлорфенил)-2-гидроксипропил)-1,2-дигидро-3Н1,2,4-триазол-3-тион), их соли или сложные эфиры, или их изомеры или производные.

В варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 0,01% до примерно 40% масс./масс. и предпочтительно от примерно 0,1% до примерно 35% масс./масс. коназольного фунгицида от общей массы стабильной фунгицидной композиции и по меньшей мере одну слабую кислоту.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 1% до примерно 30% масс./масс. коназольного фунгицида от общей массы стабильной фунгицидной композиции и слабую кислоту.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит по меньшей мере одну слабую кислоту.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения слабая кислота в стабильной фунгицидной композиции выбрана из группы, содержащей слабые неорганические кислоты и слабые органические кислоты.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения слабая неорганическая кислота в стабильной фунгицидной композиции выбрана из одной или более из фосфорной кислоты, борной кислоты, лимонной кислоты, серной кислоты, азотной кислоты, фтористоводородной кислоты и т. п.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения слабая органическая кислота в стабильной фунгицидной композиции выбрана из одной или более из щавелевой кислоты, метановой кислоты, бензойной кислоты, фумаровой кислоты, уксусной кислоты, пропионовой кислоты, винной кислоты, янтарной кислоты и т. п.

В соответствии с предпочтительным вариантом осуществления настоящего изобретения слабые неорганические кислоты в стабильной фунгицидной композиции выбраны из одной или более из фосфорной кислоты, борной кислоты и лимонной кислоты.

В варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 0,01% до примерно 30% масс./масс. и предпочтительно от примерно 0,1% до примерно 20% масс./масс. слабой кислоты от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 1% до примерно 15% масс./масс. слабой кислоты от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения фунгицидная композиция содержит:

- a) по меньшей мере один коназольный фунгицид;
- b) по меньшей мере одну слабую кислоту; и c) воду.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит:

- a) по меньшей мере один коназольный фунгицид;
- b) по меньшей мере одну слабую кислоту; и
- c) по меньшей мере один другой фунгицид, выбранный из стробилуриновых фунгицидов или пиразолкарбоксамидных фунгицидов.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит:

- a) по меньшей мере один коназольный фунгицид;
- b) по меньшей мере одну слабую кислоту;

- c) по меньшей мере один другой фунгицид, выбранный из стробилуриновых фунгицидов или пиразолкарбоксамидных фунгицидов; и
- d) воду.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения по меньшей мере один другой фунгицид в стабильной фунгицидной композиции выбран из одного или более из стробилуринового фунгицида или пиразолкарбоксамидного фунгицида.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стробилуриновый фунгицид в стабильной фунгицидной композиции выбран из одного или более из флуоксастробина, мандестробина, прибенкарба, азоксистробина, бифуцзюньчи, кумоксистробина, еноксастробина, флуфеноксистробина, цзясяцзюньчи, пикоксистробина, пираоксистробина, пиракlostробина, пираметостробина, триклопирикарба, димоксистробина, фенаминстробина, метоминостробина, ориксастробина, крезоксим-метила или трифлуксистробина.

В соответствии с предпочтительным вариантом осуществления настоящего изобретения стробилуриновый фунгицид в стабильной фунгицидной композиции выбран из одного или более из азоксистробина, крезоксим-метила, пикоксистробина, пиракlostробина и трифлуксистробина.

В варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 0,01% до примерно 30% масс./масс. и предпочтительно от примерно 0,1% до примерно 20% масс./масс. стробилуринового фунгицида от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 1% до примерно 15% масс./масс. стробилуринового фунгицида от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения пиразолкарбоксамидный фунгицид в стабильной фунгицидной композиции выбран из одного или более из бензовиндифлупира, биксафена, флубентерама, флуиндапира, флуксапироксада, фураметпира, инпирфлуксама, изофлюципрама, изопиразама, пенфлуфена, пентиопирада, пидифлуметофена и седаксана.

В соответствии с предпочтительным вариантом осуществления настоящего изобретения

пиразолкарбоксамидный фунгицид в стабильной фунгицидной композиции выбран из одного или более из флуиндапира, флуксапироксада, пентиопирада и седаксана.

В варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 0,01% до примерно 30% масс./масс. и предпочтительно от примерно 0,1% до примерно 20% масс./масс. пиразолкарбоксамидного фунгицида от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит от примерно 1% до примерно 15% масс./масс. пиразолкарбоксамидного фунгицида от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

Стабильная фунгицидная композиция настоящего изобретения может дополнительно содержать один или более диспергирующих агентов, смачивающих агентов, наполнителей, поверхностно-активных веществ, антислеживающих агентов, регуляторов pH, консервантов, биоцидов, противовспенивающих агентов, красителей и других рецептурных средств.

Диспергирующие агенты могут быть выбраны из ионных и неионных диспергирующих агентов для обеспечения легкого распада гранул в воде, таких как соли полистиролсульфокислот, соли поливинилсульфокислот, соли конденсатов нафталинсульфокислоты/формальдегида, соли конденсатов нафталинсульфокислоты, фенолсульфокислоты и формальдегида и соли лигносульфокислоты, блок-сополимеры полиэтиленоксида/полипропиленоксида, сложные эфиры полиэтиленгликоля линейных спиртов, продуктов реакции жирных кислот с этиленоксидом и/или пропиленоксидом, дополнительно поливиниловый спирт, поливинилпирролидон, сополимеры поливинилового спирта и поливинилпирролидона и сополимеры (мет)акриловой кислоты и (мет)акриловых сложных эфиров, помимо этого тауратные поверхностно-активные вещества, такие как метилкокоилтаурат натрия, метиллауроилтаурат натрия, метилмиристоилтаурат натрия, метилолеоилтаурат натрия, метилпальмитоилтаурат натрия и метилстеарорилтаурат натрия; кроме того, алкилэтоксилаты и алкиларилэтоксилаты, этоксилированные алкиларилфосфаты и сульфатированный сложный эфир или их смеси.

Смачивающие агенты могут быть выбраны из мыл, силиконового масла, стеарата

магния, солей алифатических сложных моноэфиров серной кислоты, включая, без ограничений, лаурилсульфат натрия, сульфоакиламидов и их солей, включая, без ограничений, натриевую соль N-метил-N-олеоилтаурата, алкиларилсульфонатов, включая, без ограничений алкилбензолсульфонаты; алкилнафталинсульфонатов и их солей и солей лигнинсульфоновой кислоты.

В варианте осуществления наполнитель может быть выбран из нерастворимых наполнителей и растворимых наполнителей.

В варианте осуществления наполнители могут быть предпочтительно выбраны из осажденного диоксида кремния, глины, моногидрата лактозы и каолина диатомитовой земли.

Стабильная фунгицидная композиция настоящего изобретения предпочтительно составлена в виде твердой композиции, включая, без ограничений, гранулы, пыль, порошок, кормовые гранулы, таблетки, сухие текучие среды, смачивающийся порошок или диспергируемые в воде гранулы.

В предпочтительном варианте осуществления стабильная фунгицидная композиция настоящего изобретения представляет собой состав диспергируемых в воде гранул (WDG), содержащих коназольный фунгицид и слабую кислоту.

В предпочтительном признаке стабильная фунгицидная композиция настоящего изобретения представляет собой экструзионный гранулированный состав, содержащий коназольный фунгицид и слабую кислоту.

В варианте осуществления приемлемые противовспенивающие средства могут предпочтительно представлять собой силиконы, длинноцепочечные спирты и соли жирных кислот.

К приемлемым красителям (например, красному, синему и зеленому) предпочтительно относятся пигменты, которые умеренно растворимы в воде, и водорастворимые красители. Примерами являются неорганические красители (например, оксид железа, оксид титана и гексаноферронат железа) и органические красители (например, ализариновые красящие агенты, азо- и фталоцианиновые красящие агенты).

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 0,1% до примерно 40% масс./масс. коназольного фунгицида и от примерно 0,1% до примерно 30% масс./масс. слабой кислоты.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 0,1% до примерно 40% масс./масс. коназольного фунгицида, от примерно 0,1% до примерно 30% масс./масс. смеси слабой кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 1% до примерно 35% масс./масс. коназольного фунгицида, от примерно 1% до примерно 20% масс./масс. смеси слабой кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 5% до примерно 30% масс./масс. протиоконазола, от примерно 5% до примерно 20% масс./масс. смеси лимонной кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 1% до примерно 40% масс./масс. коназольного фунгицида, от примерно 1 до примерно 50% масс./масс. пиразолкарбоксамидного фунгицида, от примерно 1% до примерно 20% масс./масс. смеси слабой кислоты с водой в стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 1% до примерно 40% масс./масс. протиоконазола, от примерно 1% до примерно 50% масс./масс. флуиндапира, от примерно 1% до примерно 20% масс./масс. смеси фосфорной кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 1% до примерно 40% масс./масс.

коназолного фунгицида, от примерно 1% до примерно 50% масс./масс. стробилуринового фунгицида, от примерно 1% до примерно 20% масс./масс. смеси слабой кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 1% до примерно 40% масс./масс. протиоконазола, от примерно 10% до примерно 50% масс./масс. азоксистробина и от примерно 1% до примерно 20% масс./масс. смеси фосфорной кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 1% до примерно 40% масс./масс. протиоконазола, от примерно 10% до примерно 50% масс./масс. азоксистробина, от примерно 10% до примерно 50% масс./масс. флуиндапира и от примерно 1% до примерно 20% масс./масс. смеси щавелевой кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечена стабильная фунгицидная композиция, содержащая от примерно 1% до примерно 40% масс./масс. протиоконазола, от примерно 10% до примерно 50% масс./масс. азоксистробина, от примерно 10% до примерно 50% масс./масс. ципроконазола и от примерно 1% до примерно 20% масс./масс. смеси фосфорной кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции.

В предпочтительном признаке композиция содержит протиоконазол в количестве более примерно 0,80% по массе композиции.

В предпочтительном признаке композиция изобретения по существу не содержит инсектицид картап или его соль.

В предпочтительном признаке композиция изобретения по существу не содержит фунгицид трициклазол.

В предпочтительном признаке композиция изобретения находится в форме

экструдированного гранулированного состава.

В предпочтительном признаке композиция изобретения не является инкапсулированным гранулированным составом.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает смешивание слабой кислоты с коназольным фунгицидом.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает смешивание слабой кислоты с водой и добавление смеси слабой кислоты и воды к коназольному фунгициду.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения слабую кислоту смешивают с водой до ее добавления в коназольный фунгицид для получения указанной стабильной фунгицидной композиции.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает смешивание слабой кислоты с коназольным фунгицидом и составление смеси в приемлемой форме с использованием приемлемого оборудования.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает получение смеси слабой кислоты с водой и составление смеси с коназольным фунгицидом.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения в процессе получения стабильной фунгицидной композиции при получении смеси слабой кислоты с водой слабую кислоту либо растворяют, либо диспергируют в воде для получения либо раствора, либо дисперсии.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения коназольный фунгицид отдельно смешивают с другими агрохимическими ингредиентами или эксципиентами для получения смеси. Затем полученную таким образом смесь можно смешивать со смесью слабой кислоты с водой.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения

стабильной фунгицидной композиции включает смешивание слабой кислоты с коназольным фунгицидом и получение фунгицидной композиции в форме WDG посредством экструзии.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает получение смеси коназольного фунгицида, необязательно с другими активными ингредиентами или эксципиентами, и смешивание слабой кислоты с этой смесью, содержащей коназольный фунгицид.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает этапы, на которых:

- (a) получают смесь слабой кислоты с водой;
- (b) отдельно получают смесь коназольного фунгицида, необязательно с другими активными ингредиентами или эксципиентами;
- (c) добавляют смесь, полученную на этапе (1), к смеси, полученной на этапе (2); и
- (d) составляют смесь в приемлемой форме с использованием приемлемого оборудования.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения обеспечен процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает:

- (a) гомогенизацию активных ингредиентов и необязательно других инертных ингредиентов для получения смеси;
- (b) отдельно получение смеси слабой кислоты с водой;
- (c) обеспечение смешивания смеси, полученной на этапе (1), со смесью, полученной на этапе (2); и
- (d) составляют смесь в приемлемой форме с использованием приемлемого оборудования.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает:

- (a) гомогенизацию активных ингредиентов и необязательно других инертных ингредиентов для получения смеси;
- (b) отдельно получение смеси слабой кислоты с водой;
- (c) обеспечение смешивания смеси, полученной на этапе (1), со смесью,

полученной на этапе (2), для получения теста;

(d) экструзию теста, полученного на этапе (3), для получения гранул; и

(e) сушку гранул для удаления влаги < 1% и упаковывание в приемлемую упаковку.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает:

(a) гомогенизацию протиокназола и необязательно других инертных ингредиентов для получения смеси;

(b) отдельно получение смеси фосфорной кислоты с водой;

(c) обеспечение смешивания смеси, полученной на этапе (1), со смесью, полученной на этапе (2), для получения теста;

(d) экструзию теста, полученного на этапе (3), для получения гранул; и

(e) сушку гранул для удаления влаги < 1% и упаковывание в приемлемую упаковку.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает смешивание слабой кислоты с коназольным фунгицидом и получение фунгицидной композиции в форме WDG посредством экструзии.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает получение смеси коназольного фунгицида, необязательно с другими активными ингредиентами или эксципиентами, и смешивание слабой кислоты с этой смесью.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения обеспечен процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает:

(a) гомогенизацию активных ингредиентов и необязательно других инертных ингредиентов для получения смеси;

(b) отдельно получение смеси слабой кислоты с водой;

(c) обеспечение смешивания смеси, полученной на этапе (1), со смесью, полученной на этапе (2); и

(d) составление смеси в приемлемой форме с использованием приемлемого

оборудования.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции включает:

- (a) гомогенизацию активных ингредиентов и необязательно других инертных ингредиентов для получения смеси;
- (b) отдельно получение смеси слабой кислоты с водой;
- (c) обеспечение смешивания смеси, полученной на этапе (1), со смесью, полученной на этапе (2), для получения теста;
- (d) экструзию теста, полученного на этапе (3), для получения гранул; и
- (e) сушку гранул для удаления влаги < 1% и упаковывание в приемлемую упаковку.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает:

- (a) гомогенизацию протиоконазола и необязательно других инертных ингредиентов для получения смеси;
- (b) отдельно получение смеси фосфорной кислоты с водой;
- (c) обеспечение смешивания смеси, полученной на этапе (1), со смесью, полученной на этапе (2), для получения теста;
- (d) экструзию теста, полученного на этапе (3), для получения гранул; и
- (e) сушку гранул для удаления влаги < 1% и упаковывание в приемлемую упаковку.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения порядок добавления и смешивания агрохимических ингредиентов или эксципиентов не строго критичен. В одном варианте осуществления, например, сухие ингредиенты смешивают, и затем композицию смешивают со смесью воды и слабой кислоты.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения смесь слабой кислоты с водой можно добавлять путем мелкодисперсного распыления с получением теста из композиции для получения гранул.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения смесь вышеуказанных ингредиентов получают с использованием приемлемого смесителя, такого как ленточный смеситель, V-смеситель, низкооборотный высокоинтенсивный

смеситель или т. п.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения смесь коназольного фунгицида вместе с агрохимическими эксципиентами можно измельчать для получения однородной смеси.

Измельчение можно выполнять в приемлемом устройстве, таком как воздушно-струйная мельница, мельница-пневмоклассификатор, молотковая мельница, штифтовая дисковая мельница или т. п. Струйные мельницы представляют собой ножничные или измельчающие устройства, в которых частицы, подлежащие измельчению, ускоряются потоками газа и измельчаются при столкновении. Существует ряд различных типов конструкций струйных мельниц, например с двойным противотоком (с противоположными струями) и спиральные (блинчатые) мельницы, использующие энергию текучей среды.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения диспергируемые в воде гранулы обычно изготавливают процессом экструзии или процессом гранулирования.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения сушку гранул можно выполнять в приемлемом сушильном оборудовании, таком как распылительная сушилка, или распылительная сушилка с псевдооживленным слоем, или гранулятор с псевдооживленным слоем.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения сушку экструдированных гранул проводят при температуре не более 50–80 °С.

В соответствии с предпочтительным вариантом осуществления настоящего изобретения сушку экструдированных гранул проводят при температуре в диапазоне 60–70 °С.

В процессе сушки предпочтительно будет удалено как можно больше воды для снижения массы и обеспечения хорошей стабильности гранул с сохранением сухого текучего состояния. Предпочтительно гранулы будут сушить до менее 2% по мере потери массы при полной сушке и наиболее предпочтительно будут сушить до менее 1% по мере потери массы при полной сушке.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения материалы,

используемые в процессе изобретения, могут иметь мелкодисперсную форму, предпочтительно форму, получаемую при воздушном измельчении, которая по существу представляет собой форму коммерческих химических веществ, поставляемых производителями.

После тщательного смешивания или после введения смеси в форму, приемлемую для экструзии, иным образом экструзия осуществляется через приемлемые отверстия. Размер гранул зависит от размера отверстий и, таким образом, экструдер может быть оснащен сеткой или головкой, выбранными для обеспечения требуемого размера гранулы.

Предпочтительно экструзионные отверстия выбирают таким образом, чтобы обеспечить экструзии в диапазоне от 800 до 1200 мкм в диаметре. Экструзии могут значительно варьироваться по длине, например до 0,5 см или более.

В варианте осуществления настоящего изобретения рН стабильной фунгицидной композиции доводят до значений в диапазоне от 4 до 7.

Специалистам в данной области будет очевидно, что одно существенное преимущество процесса настоящего изобретения заключается в том, что экструзии не уменьшаются (например, путем отрезания) до гранул при выходе из экструдера. Это означает, что скорость экструзии не ограничивается скоростью, при которой экструзии могут быть разбиты на гранулы, и можно использовать высокие скорости экструзии. Это приводит к тому, что процесс настоящего изобретения отличается значительно большей экономичностью в сравнении с процессами экструзии предшествующего уровня техники для получения диспергируемых в воде гранул.

Процесс изобретения значительно снижает количество слишком крупного и слишком мелкого материала, подлежащего переработке. Следовательно, композиция гранул по существу не содержит пыли.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения способ борьбы с вредителями включает нанесение на область, подлежащую обработке, композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид и слабую кислоту.

В другом аспекте настоящего изобретения способ борьбы с вредителями включает нанесение на область, подлежащую обработке, композиции, содержащей по меньшей

мере один коназольный фунгицид, причем коназольный фунгицид представляет собой протиоконазол, и слабую кислоту.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения способ борьбы с вредителями включает нанесение на область, подлежащую обработке, композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид, слабую кислоту и воду.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения обеспечено применение композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид и слабую кислоту.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения обеспечено применение композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид, причем коназольный фунгицид представляет собой протиоконазол, и слабую кислоту.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения обеспечено применение композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид, слабую кислоту и воду.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция содержит по меньшей мере один коназольный фунгицид и слабую кислоту, причем указанную стабильную фунгицидную композицию используют в качестве пестицида.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция особенно важна для борьбы с большим количеством грибов на различных сельскохозяйственных культурах, таких как хлопок, овощные культуры (например, огурцы, бобы, томаты, картофель и тыквенные культуры), ячмень, трава, овес, бананы, кофе, кукуруза, фруктовые культуры, рис, рожь, соя, виноградная лоза, пшеница, зрелая фасоль, декоративные растения, сахарный тростник и большое количество семян.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стабильная фунгицидная композиция приемлема для борьбы со следующими фитопатогенными грибами: мучнистая роса (*Blumeria graminis*) на злаках, эризифе цикориевая (*Erysiphe cichoracearum*) и сферотека темно-бурая (*Sphaerotheca fuliginea*) на тыквенных культурах, мучнистая роса яблони (*Podosphaera leucotricha*) на яблоках, унцинула винограда (*Uncinula necator*) на виноградной лозе, виды ржавчины (*Puccinia*) на злаках, виды ризоктониоза (*Rhizoctonia*) на хлопке, рисе и газонах, виды головневых грибов (*Ustilago*)

на зерновых культурах и сахарном тростнике, парша (*Venturia inaequalis*) на яблоках, виды гельминтоспорий (*Helminthosporium*) на злаках, возбудитель септориоза колоса (*Septoria nodorum*) на пшенице, серая гниль (*Botrytis cinera*) на клубнике, овощах, декоративных растениях и виноградной лозе, церкоспора арахиса (*Cercospora arachidicola*) на арахисе, церкоспореллезная прикорневая гниль (*Pseudocercospora herpotrichoides*) на пшенице и ячмене, возбудитель пирикулярриоза (*Pyricularia oryzae*) на рисе, возбудитель фитофтороза (*Phytophthora infestans*) на картофеле и помидорах, ложная мучнистая роса винограда (*Plasmopara viticola*) на виноградной лозе, виды ложной мучнистой росы (*Pseudoperonospora*) на хмеле и огурцах, виды черной гнили (*Alternaria*) на овощах и фруктах, виды микосфереллы (*Mycosphaerella*) на бананах, а также виды возбудителя фузариоза (*Fusarium*) и вертициллеза (*Verticillium*).

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения стабильную фунгицидную композицию применяют на сое против целевого пятна (*Corynespora cassicola*), на хлопке против рамулярии (*Raularia areola*), антракноза (*Altototricum gossypii*), на кукурузе против южной ржавчины кукурузы (*Puccinia polysora*), серой пятнистости листьев (*Cercospora setae-maydis*), на пшенице против бурой листовой ржавчины пшеницы (*Puccinia triticina*), на мучнисторосяных против мучнистой росы зерновых культур (*Blumeria graminis*), пятнистости листьев (*Drechslera tritici repentis*), на зрелой фасоли против пятнистости листьев (*Phaeoisariopsis griseola*) и антракноза (*Colletotrichum lindemuthianum*).

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения обеспечен набор, содержащий композицию, включающую в себя по меньшей мере один коназольный фунгицид и слабую кислоту.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения различные компоненты стабильной фунгицидной композиции можно использовать отдельно или уже частично или полностью смешанными друг с другом с получением композиции в соответствии с изобретением. Кроме того, возможно, чтобы они были упакованы и использованы дополнительно в качестве комбинированной композиции, такой как набор компонентов.

В одном варианте осуществления изобретения наборы могут включать в себя один или более, в том числе все, компонентов, которые можно использовать для получения стабильной фунгицидной композиции. Например, наборы могут включать в себя

активные ингредиенты и/или слабую кислоту. Один или более компонентов могут уже комбинироваться или предварительно составляться. В тех вариантах осуществления, в которых в наборе предусмотрено более двух компонентов, компоненты могут быть уже объединены друг с другом и, как таковые, упакованы в один контейнер, такой как флакон, бутылка, банка, пакет, мешок или бак.

Следует понимать, что описание и примеры носят иллюстративный характер, но не ограничивают настоящее изобретение, и что другие варианты осуществления в пределах сущности и объема изобретения будут понятны специалистам в данной области. Возможна реализация на практике других вариантов осуществления, которые также входят в объем настоящего изобретения. Следующие примеры иллюстрируют изобретение, но никоим образом не предполагают ограничения объема формулы изобретения.

ПРИМЕРЫ

Пример 1. Протиоконазол 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Каолиновая глина	46,6

Лигносulfонат натрия	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Фосфорная кислота	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

23,3 г протиоконазола, 46,6 г каолиновой глины, 14,5 г лигносульфоната натрия, 1,0 г кремнийорганического пеногасителя и 10,6 г моногидрата лактозы смешивали вместе и гомогенизировали в ультрацентрифуге для получения порошка. Затем порошок подвергали измельчению воздухом до достижения $d(0.9) < 7$ мкм. Отдельно получали

раствор фосфорной кислоты с водопроводной водой путем смешивания 3,0 г фосфорной кислоты для получения 85%-го раствора. Пока измельченный порошок смешивали в ленточном смесителе, раствор фосфорной кислоты вносили распылением столько времени, сколько это было целесообразно для полного внесения, чтобы обеспечить полное смачивание порошка для получения теста. Образовавшееся тесто оставляли для перемешивания на небольшой период времени (не более 30 минут) до начала экструзии. Тесто экструдировали с использованием корзиночного экструдера с размером ячеек сита 1,0 мм. После экструзии гранулы сушили в сушилке с псевдоожиженным слоем при 60 °С до получения содержания влаги в гранулах < 1%.

Примеры 2–5. Протиоконазол 233 г/кг WDG

№	Ингредиенты	Пример 2 (% масс./масс.)	Пример 3 (% масс./масс.)	Пример 4 (% масс./масс.)	Пример 5 (% масс./масс.)
1	Содержание протиоконазола	23,3	23,3	23,3	23,3
2	Лигносульфонат натрия	4,0	4,0	4,0	—
3	Противовспенивающая присадка /	2,0	2,0	2,0	2,0
4	Фосфорная кислота (85%-й раствор)	3,0	—	—	—
5	Щавелевая кислота (85%-й раствор)	—	3,0	—	—
6	Лимонная кислота (85%-й раствор)	—	—	3,0	—
7	Винная кислота (85%-й раствор)	—	—	—	3,0

8	Каолиновая глина	46,6	—	—	46,6
9	Аттапульгитовая глина	—	—	46,6	—
10	Осажденный диоксид кремния	—	46,6	—	—

11	Моногидрат лактозы	дост. кол-во	дост. кол-во	—	дост. кол-во
12	Безводная лактоза	—	—	дост. кол-во	—

Пример 6. Протиоконазол 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Осажденный диоксид кремния	46,6
поликарбонат натрия	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Щавелевая кислота	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Протиоконазол, каолиновую глину, поликарбонат натрия, пеногаситель, силиконовый противовспениватель, раствор щавелевой кислоты и моногидрат лактозы смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде диспергируемых в воде гранул.

Пример 7. Протиоконазол 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Аттапульгитовая глина	46,6
Лаурилсульфат натрия	12,0
Противовспенивающее средство	2,0
Раствор лимонной кислоты	3,0
Безводная лактоза	дост. кол-во

В общей сумме	100
---------------	-----

Протиоконазол, аттапульгитовую глину, лаурилсульфат натрия, пеногаситель, силиконовый противовспениватель, раствор лимонной кислоты и безводную лактозу смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде диспергируемых в воде гранул.

Пример 8. Протиоконазол 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Каолиновая глина	46,6
поликарбонат натрия	12,5
Противовспенивающее средство	2,0
Раствор винной кислоты	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Протиоконазол, каолиновую глину, пеногаситель на основе поликарбоната натрия, силиконовый противовспениватель, раствор винной кислоты и моногидрат лактозы смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде диспергируемых в воде гранул.

Пример 9. Протиоконазол 233 г/кг + флуиндапир 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Флуиндапир	23,3
Каолиновая глина	23,3

Лигносульфонат натрия	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Раствор фосфорной кислоты	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Протиоконазол, флуиндапир, каолиновую глину, пеногаситель на основе лигносульфоната натрия, силиконовый противовспениватель, фосфорную кислоту (85%-й раствор) и моногидрат лактозы смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде диспергируемых в воде гранул.

Пример 10. Протиоконазол 233 г/кг + ципроконазол 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество
	(% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Ципроконазол	23,3
Осажденный диоксид кремния	23,3
Поликарбонат натрия	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Раствор лимонной кислоты	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Протиоконазол, ципроконазол, осажденный диоксид кремния, поликарбонат натрия, пеногаситель, силиконовый противовспениватель, лимонную кислоту (85%-й раствор) и моногидрат лактозы смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде диспергируемых в воде гранул.

Пример 11. Протиоконазол 233 г/кг + азоксистробин 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Азоксистробин	23,3
Каолиновая глина	23,3
Алкилнафталинсульфонат	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Фосфорная кислота	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Протиоконазол, азоксистробин, каолиновую глину алкилнафталинсульфонат, пеногаситель, силиконовый противовспениватель, раствор фосфорной кислоты и моногидрат лактозы смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде диспергируемых в воде гранул.

Пример 12. Протиоконазол 233 + флуиндапир 233 + ципроконазол 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Флуиндапир	23,3
Ципроконазол	23,3
лаурилсульфат натрия	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Раствор фосфорной кислоты	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Протиоконазол, флуиндапир, ципроконазол, лаурилсульфат натрия, пеногаситель, силиконовый противовспениватель, раствор фосфорной кислоты и моногидрат лактозы смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде

диспергируемых в воде гранул.

Пример 13. Протиоконазол 233 + флуиндапир 233 + азоксистробин 233 г/кг WDG

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Флуиндапир	23,3
Азоксистробин	23,3
Лигносульфонат натрия	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Раствор фосфорной кислоты	3,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Протиоконазол, флуиндапир, азоксистробин, лигносульфонат натрия, пеногаситель, силиконовый противовспениватель, раствор фосфорной кислоты и моногидрат лактозы смешивали в указанных выше количествах и обрабатывали в соответствии с процессом, описанным в примере 1, для получения стабильной фунгицидной композиции в виде диспергируемых в воде гранул.

Пример 14. Протиоконазол 233 г/кг WDG [сравнительный пример]

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3
Каолиновая глина	49,6
Лигносульфонат натрия	14,5
Противовспенивающее средство	2,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

Пример 15. Протиоконазол 233 г/кг WDG [сравнительный пример]

Ингредиенты	Количество (% масс./масс.)
Протиоконазол	23,3

Каолиновая глина	46,6
Лигносульфонат натрия	4
Противовспенивающее средство	2,0
Моногидрат лактозы	дост. кол-во
В общей сумме	100

ДАнные по стабильности

WDG-композиции, полученные в соответствии с настоящим изобретением, исследовали на разложение активного ингредиента, суспендируемость, удержание на мокром сите, устойчивость к истиранию, содержание пыли и хрупкость, а также на их влияние на стабильность композиции (таблица 1).

Композиции из примеров 2–5 оказались стабильными с разложением менее 10%, отмеченным за 14 дней в AHS. Суспендируемость композиций из примеров 2–5 составляла более 60% как в условиях окружающей среды, так и в течение 14 дней в AHS-условиях. Было обнаружено, что все композиции из примеров 2–5 почти не содержали пыли как в условиях окружающей среды, так и в течение 14 дней в AHS-условиях.

Устойчивость к истиранию гранул измеряли в соответствии со способом МТ 178, причем перед испытанием гранулы каждой композиции из примера 2 просеивали через сито 125 мкм для удаления мелких частиц. Известное количество таких беспылевых гранул переносили в стеклянную бутылку, а затем подвергали раскатывательному движению с равным количеством стеклянных шариков. После раскатывания в течение определенного времени устойчивость к истиранию определяли снова путем просеивания через сито 125 мкм и взвешивания материала, оставшегося на сите. Аналогичную процедуру проводили для композиций из примеров 3, 4 и 5. Было обнаружено, что все композиции из примеров 2–5 имели хорошую устойчивость к истиранию свыше 40%.

Таблица 1

№	Ингредиенты	Пример 2	Пример 3	Пример 4	Пример 5
1	Разложение активного ингредиента (после 14 дней)	5–6	8–9	7–8	7–8

2	Суспендируемость (0-й день / после 14 дней в АНС), % масс./масс.	90/94	75/70	70/74	65/68
3	Удержание на мокром сите (0-й день / после 14 дней АНС), % масс./масс.	< 0,1/ < 0,1	0,1/0,1	0,3/0,3	0,3/0,4
4	Устойчивость к истиранию (испытание на удержание на сите 125 мкм)	70	40	65	60
5	Содержание пыли	Почти не содержат	По существу	Почти не содержат	Почти не содержат
6	Испытание на хрупкость — в виде устойчивости (на основе удержания на сухом	65	50	63	59

Кроме того, композиции из примера 12 и примера 13 также испытывали на суспендируемость и удержание на мокром сите (таблица 2). Замечательная суспендируемость в 90% наблюдалась в композиции на 0-й день испытания. Кроме того, обе композиции оценивали на удержание на мокром сите при прохождении через сито 45 мкм.

Таблица 2

Параметры стабильности	Наблюдения на 0-й день	
	Пример 12	Пример 13
Суспендируемость	> 90%	> 90%
Мокрое сито (сито	0,3%	0,0%

Композиции из примера 12 и примера 13 хранили при температуре 54 ± 2 °С в течение 14 дней и оценивали параметры стабильности, такие как суспендируемость, результаты анализа на мокрое просеивание и разложение активных ингредиентов. Результаты обобщены в таблице 3. Как видно из таблицы 3, разложение активного (-ых) протиоконазола, ципроконазола, флуиндапира и азоксистробина в WDG-композиции не наблюдалось после хранения при 54 ± 2 °С в течение 14 дней.

Таблица 3

Физико-химические свойства	Пример 12		Пример 13	
	0 дней	14 дней (AHS)	0 дней	14 дней
% разложения протиоконазола	0%	0%	0%	0%
% разложения флуиндапира	0%	0%	0%	0%
% разложения азоксистробина	Н/П	Н/П	0%	0%
% разложения ципроконазола	0%	0%	Н/П	Н/П

Сравнительное исследование для понимания роли слабой кислоты

При получении WDG-состава протиоконазола в процессе экструзии авторы настоящего изобретения столкнулись с проблемой на самой начальной стадии гранулирования, т. е. на стадии изготовления теста. Когда слабую кислоту не добавляли в композицию, получали влажное тесто, которое постепенно становилось все более влажным при хранении в течение некоторого времени до экструзии. Тесто было слишком липким и когезивным и его невозможно было дополнительно обрабатывать для экструзии. На Фиг. 2А показано правильное тесто, полученное в соответствии с композицией из примера 1, а на Фиг. 2В показано липкое и влажное тесто, полученное в соответствии с композицией из примера 14. Композицию из примера 15 также получали по процессу настоящего изобретения без добавления слабой кислоты. После нескольких усилий гранулы экструдировали, но оказалось, что они очень хрупкие и разрушаются в процессе обработки. Оказалось, что даже суспендируемость составляла около 40% на 0-й день и 34% в течение 14 дней в AHS. Наблюдалось 15–19%-е разложения протиоконазола (таблица 4).

Таблица 4

№	Параметры	Значения
A	Разложение активного содержимого (после 14 дней в AHS),	15–19
B	Суспендируемость (0-й день / после 14 дней в AHS),	40/34
C	Удержание на мокром сите (0-й день / после 14 дней в AHS),	0,9/1,5

D	Устойчивость к истиранию (испытание на удержание на сите	20
E	Содержание пыли	Пыльная
F	Испытание на хрупкость — в виде устойчивости (на основе удержания на сухом сите 100 мкм), % масс./масс.	12

Таким образом, авторы настоящего изобретения успешно получали стабильную фунгицидную композицию коназольного фунгицида, а также в комбинации с другими агрохимически активными ингредиентами с использованием смеси слабой кислоты с водой. Гранулированная композиция в соответствии с изобретением демонстрировала выдающуюся устойчивость к истиранию, превосходную дисперсионную стабильность после ускоренного старения, хорошую хрупкость и отсутствие пыльности. Гранулированная композиция настоящего изобретения остается нетронутой и не теряет целостность гранул при производстве и во время хранения. Описанная выше композиция оказалась стабильной.

Формула изобретения

1. Стабильная фунгицидная композиция, содержащая:
 - а) по меньшей мере один коназольный фунгицид; и
 - б) по меньшей мере одну слабую кислоту.
2. Стабильная фунгицидная композиция по п. 1, в которой коназольный фунгицид выбран из одного или более из азаконазола, бромуконазола, ципроконазола, дифеноконазола, эпоксиконазола, этаконазола, флуконазола, флутриафола, гексаконазола, ипконазола, метконазола, пропиконазола, протиоконазола, тебуконазола, тетраконазола, тиабендазола, тритиконазола, униконазола, униконазола-Р, трифлумизола, их солей, сложных эфиров, изомеров и производных.
3. Стабильная фунгицидная композиция по п. 1, в которой коназольный фунгицид выбран из одного или более из протиоконазола, тебуконазола, ципроконазола, гексаконазола, их солей, сложных эфиров, изомеров и производных.
4. Стабильная фунгицидная композиция по п. 1, в которой коназольный фунгицид представляет собой протиоконазол.
5. Стабильная фунгицидная композиция по п. 1, в которой слабая кислота выбрана из одной или более из слабых органических кислот и слабых неорганических кислот.
6. Стабильная фунгицидная композиция по п. 5, в которой слабая неорганическая кислота выбрана из одной или более из фосфорной кислоты, борной кислоты, лимонной кислоты, серной кислоты, азотной кислоты и фтористоводородной кислоты и т. п.
7. Стабильная фунгицидная композиция по п. 5, в которой слабая органическая кислота выбрана из одной или более из щавелевой кислоты, метановой кислоты, бензойной кислоты, фумаровой кислоты, уксусной кислоты, пропионовой кислоты, винной кислоты, янтарной кислоты и т. п.
8. Стабильная фунгицидная композиция по п. 1, причем указанная стабильная композиция находится в форме диспергируемых в воде гранул (WDG).
9. Стабильная фунгицидная композиция по п. 1, причем указанная композиция содержит от примерно 0,1% до примерно 40% масс./масс. коназольного фунгицида, от

примерно 0,1% до примерно 30% масс./масс. смеси слабой кислоты с водой от общей массы стабильной фунгицидной композиции, и при этом указанная композиция находится в форме WDG.

10. Стабильная фунгицидная композиция по п. 9, содержащая:

- а) по меньшей мере один коназольный фунгицид;
- б) по меньшей мере одну слабую кислоту; и
- с) по меньшей мере один другой фунгицид, выбранный из стробилуриновых фунгицидов или пиразолкарбоксамидных фунгицидов.

11. Стабильная фунгицидная композиция по п. 10, в которой стробилуриновый фунгицид выбран из одного или более из флуоксастробина, пирибенкарба, азоксистробина, эноксастробина, флуфеноксистробина, пикоксистробина, пираоксистробина, пиракlostробина, триклопирикарба, метоминостробина, крезоксиметила и трифлуксистробина, их солей, сложных эфиров, изомеров и трифлумизола, а также их производных.

12. Стабильная фунгицидная композиция по п. 10, в которой пиразолкарбоксамидный фунгицид выбран из одного или более из бензовиндифлупира, биксафена, флуиндапира, флуксапироксада, изопиразама, пенфлуфена, пентиопирада и седаксана.

13. Стабильная фунгицидная композиция по п. 10, причем указанная композиция содержит от примерно 0,1% до примерно 40% масс./масс. коназольного фунгицида, от примерно 0,1% до примерно 30% масс./масс. смеси слабой кислоты с водой и от примерно 0,1% до примерно 40% по меньшей мере одного другого фунгицида от общей массы стабильной фунгицидной композиции, и при этом указанная композиция находится в форме WDG.

14. Процесс получения стабильной фунгицидной композиции, причем указанный процесс включает смешивание слабой кислоты с коназольным фунгицидом.

15. Процесс по п. 14, причем указанный процесс включает смешивание слабой кислоты с водой и добавление смеси слабой кислоты и воды к коназольному фунгициду.

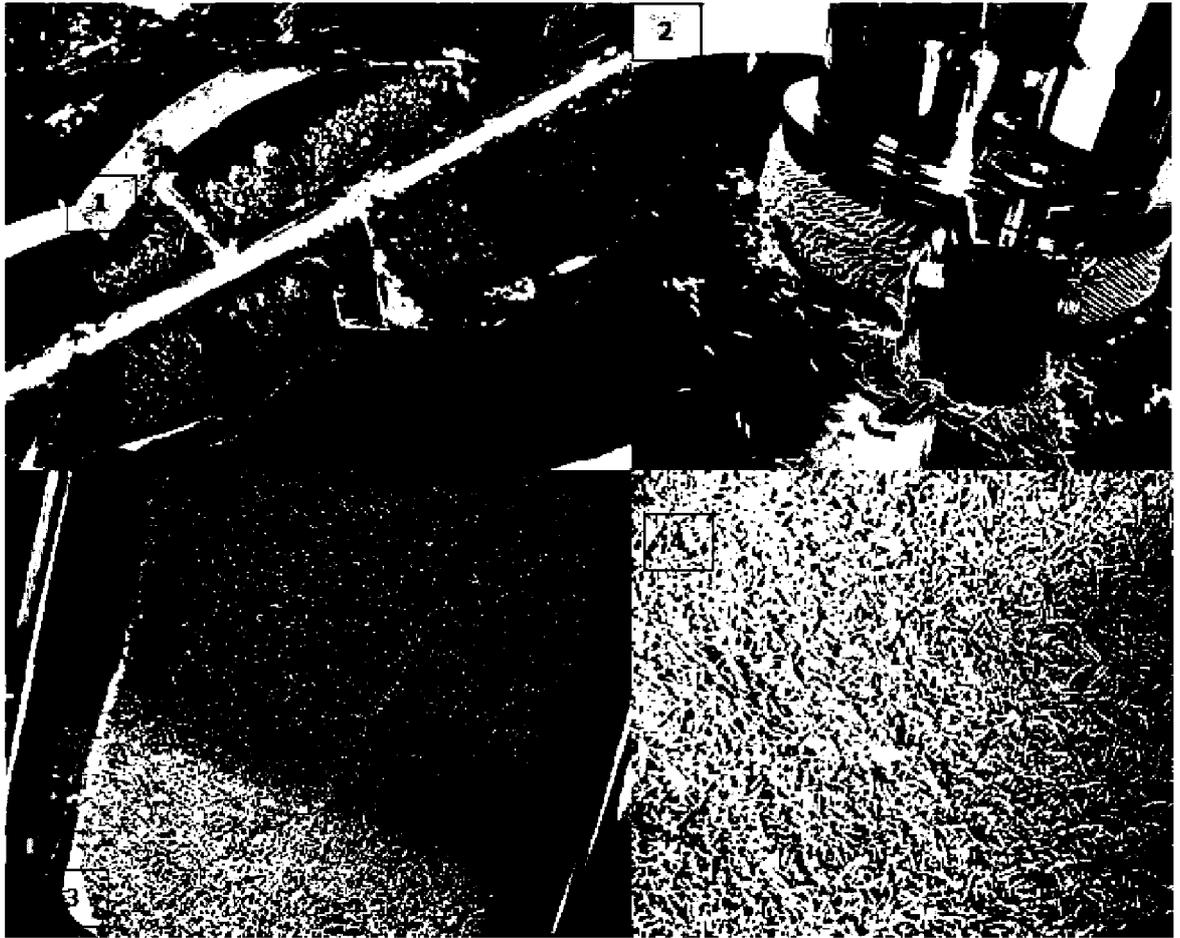
16. Процесс получения стабильной фунгицидной композиции по п. 14, причем указанный процесс включает этапы, на которых:

- (a) гомогенизируют активные ингредиенты и необязательно другие инертные ингредиенты для получения смеси;
- (b) отдельно получают смесь слабой кислоты с водой;
- (c) обеспечивают смешивание смеси, полученной на этапе (1), со смесью, полученной на этапе (2), для получения теста;
- (d) экструдировать тесто, полученное на этапе (3), для получения гранул; и
- (e) сушат гранулы для удаления влаги < 1% для получения указанной стабильной фунгицидной композиции.

17. Процесс получения стабильной фунгицидной композиции по п. 16, в котором сушку указанной композиции выполняют при температуре не более 50–80 °С.

18. Способ борьбы с вредителями, причем указанный способ включает нанесение на область, подлежащую обработке, композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид и слабую кислоту.

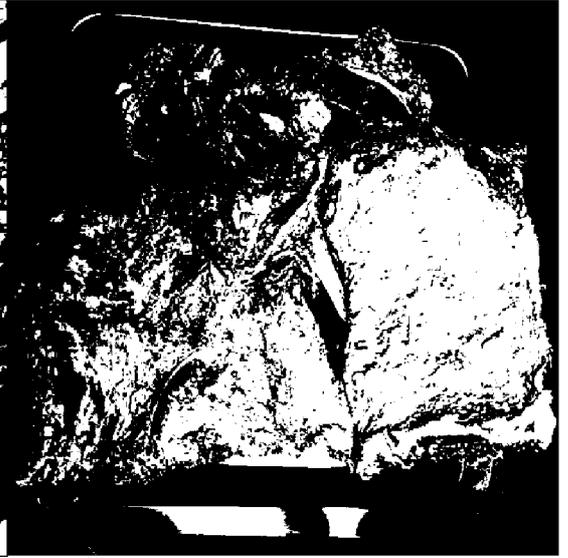
19. Способ борьбы с вредителями по п. 18, причем указанный способ включает нанесение на область, подлежащую обработке, композиции, содержащей по меньшей мере один коназольный фунгицид, причем коназольный фунгицид представляет собой протиоконазол, и слабую кислоту.



Фиг. 1



Фиг. 2А



Фиг. 2В