

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **042610**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

- | | |
|--|---|
| (45) Дата публикации и выдачи патента
2023.03.06 | (51) Int. Cl. <i>A01N 25/22</i> (2006.01)
<i>A01N 25/12</i> (2006.01)
<i>A01N 53/00</i> (2006.01)
<i>A01N 57/02</i> (2006.01)
<i>A01N 37/50</i> (2006.01)
<i>A01P 3/00</i> (2006.01)
<i>A01P 7/04</i> (2006.01) |
| (21) Номер заявки
201992813 | |
| (22) Дата подачи заявки
2018.05.16 | |

(54) **СТАБИЛЬНАЯ АГРОХИМИЧЕСКАЯ КОМПОЗИЦИЯ И СООТВЕТСТВУЮЩИЙ ПРОЦЕСС**

- | | |
|---|---|
| (31) 201731018461 | (56) IN-A-2010MU01709
WO-A2-2005039288
WO-A1-2015142609
WO-A1-1992003047
CN-A1-105010355
WO-A2-2007000643
CN-A-105145553
JP-A-2002322002 |
| (32) 2017.05.25 | |
| (33) IN | |
| (43) 2020.03.19 | |
| (86) PCT/IB2018/053406 | |
| (87) WO 2018/215883 2018.11.29 | |
| (71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЮПЛ ЛТД (IN) | |
| (72) Изобретатель:
Море Правин, Талаги Пареш (IN),
Шрофф Джайдев Раджникант,
Шрофф Викрам Раджникант (AE) | |
| (74) Представитель:
Носырева Е.Л. (RU) | |

-
- (57) Предложена стабильная агрохимическая композиция, содержащая по меньшей мере один активный ингредиент с низкой температурой плавления, по меньшей мере один влагочувствительный активный ингредиент и добавку; причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления указанного активного ингредиента с низкой температурой плавления. Также предложен способ получения указанной стабильной агрохимической композиции.

B1

042610

042610
B1

Область применения изобретения

Изобретение относится к стабильной агрохимической композиции. Более конкретно, изобретение относится к стабильной агрохимической композиции, содержащей активный ингредиент с низкой температурой плавления и влагочувствительный активный ингредиент.

Предпосылки создания изобретения и предшествующий уровень техники

Физически совместимые агрохимические смеси демонстрируют лучшие характеристики борьбы с вредителями. В качестве смесей они проявляют более многоаспектные преимущества, чем при применении по отдельности. Однако обеспечение физической совместимости становится серьезной проблемой при комбинировании двух или более агрохимических веществ. Проблема физической совместимости дополнительно усугубляется при необходимости объединения активного ингредиента с низкой температурой плавления с другим активным ингредиентом.

Известно, что некоторые из активных ингредиентов с низкой температурой плавления, таких как пиретроиды (синтетические пиретрины), помогают бороться с насекомыми-вредителями на сельскохозяйственных культурах. Пиретроиды ухудшают ионную проводимость нервов, продлевая воздействие натриевого тока. За счет этого стимулируются множественные разряды нервов, провоцируя гипервозбудимость у отравленных животных.

Преимуществом обладает смешивание активных ингредиентов, обеспечивающих возможность борьбы с вредителями, выбранными из фунгицидов, таких как стробилурины, и инсектицидов, таких как фосфорорганические соединения, с активными веществами с низкой температурой плавления для лучшей борьбы с вредителями. Некоторые из этих активных ингредиентов чувствительны к влажности и, таким образом, быстро разлагаются при преобразовании в подходящий состав или композицию.

Влагочувствительный активный ингредиент, такой как ацефат (органофосфат), представляет собой системный и контактный инсектицид с умеренной длительностью существования, сохраняющий остаточную активность около 10-15 дней. Ацефат обладает сильной предрасположенностью к увлажнению и не очень стабилен в традиционных пестицидных составах, из-за чего, в зависимости от условий хранения, в традиционных составах происходит интенсивное разложение ацефата, и, как следствие, не всегда можно полностью использовать его инсектицидную активность.

Хотя для лучшей борьбы с вредителями преимуществом будет сочетание влагочувствительных активных ингредиентов и активных ингредиентов с низкой температурой плавления, трудно разработать стабильный, а также эффективный состав.

Существует большое количество составов с активным ингредиентом, имеющим низкую температуру плавления, которые используют для борьбы с атаками вредителей на растения. К доступным составам относятся эмульсионные концентраты (EC), водная эмульсия (ES). Однако эти составы невозможно приготовить, если другой активный ингредиент чувствителен к влаге и подвержен воздействию воды.

В настоящее время известны и применяются на практике сухие гранулированные составы, такие как диспергируемые в воде гранулы активных ингредиентов с низкой температурой плавления, таких как пиретроиды. Традиционные способы получения гранул включают в себя такие способы, как экструзионное гранулирование, при котором с использованием воды получают массу, которую затем подвергают гранулированию. Другой способ получения гранул заключается в получении суспензии в воде с последующим воздействием на нее распылительной сушкой.

Если ингредиенты с низкой температурой плавления, такие как пиретроиды, нужно объединить в премикс с влагочувствительными ингредиентами, такими как органофосфаты, возникает проблема, так как влагочувствительный ингредиент нельзя гранулировать с использованием воды. Более того, повышение температуры во время экструзионного гранулирования может привести к расплавлению активных веществ с низкой температурой плавления. После экструзии и выдерживания гранул в условиях окружающей среды активные вещества с низкой температурой плавления снова становятся твердыми. Такой фазовый переход твердое вещество - жидкость - твердое вещество приводит к изменению морфологии, ведущему к изменению кристаллической формы или слоев ингредиента на поверхности гранул или же возможности затвердевания гранул. Такая гранулированная композиция при нанесении в поля при помощи разведения / смешивания в баке дает неудовлетворительное неравномерное растворение (диспергирование) композиции с недостаточной гомогенностью полученной смеси и не позволяет получить постоянное распределение концентрации нужного активного вещества в поле. Отсутствие желаемого диспергирования снижает доступность активного ингредиента для предполагаемого применения в качестве пестицида, лишая таким образом продукт эффективности.

Другим способом, применяемым для получения предварительной смеси таких ингредиентов, является растворение ингредиента с низкой температурой плавления в приемлемом растворителе, а затем смешивание с влагочувствительным ингредиентом с последующим гранулированием. Этот способ требует применения большого количества органических растворителей, которые не только дорого стоят, но и наносят вред окружающей среде. Гранулы можно подвергать более длительному периоду сушки для удаления следов растворителя из конечного продукта.

В публикации WO2015142609 A1 описаны микрочастицы, содержащие водорастворимый органофосфат (например, ацефат) и пиретроиды (например, бифентрин). В этом изобретении предлагается

эффективное решение для контроля запаха путем добавления компонентов для поглощения запаха и маскирования запаха.

В публикации US20090208423 описана синергетическая инсектицидная композиция, содержащая имидаклоприд, лямбда-цигалотрин и обычный носитель или эксципиент, приемлемый с точки зрения сельского хозяйства и приготовленный в виде водного состава или составов на сухой основе. В этой заявке также описан процесс смешивания активных веществ и эксципиентов для получения однородной смеси всех ингредиентов, которую микронизируют и гранулируют с получением гранулированного состава. Несмотря на приемлемость данного способа, микронизирование инертных наполнителей, в которые абсорбировано жидкое активное вещество, может создавать несколько проблем, поскольку жидкость естественным образом склонна выделяться во время тонкого помола. Полученные композиции по существу не обладают хорошей диспергируемостью и сроком хранения, особенно из-за фазового перехода активных веществ с низкой температурой плавления при хранении в условиях окружающей среды (от -5 до 50°C), что приводит к слеживанию и к росту кристаллов.

В заявке на патент Индии № 1709/MUM/2010 описана синергетическая инсектицидная композиция ацефата и бифентрина, причем бифентрин, технически растворенный в солюбилизаторе, распыляли на смесь ацефата и технических и составляющих вспомогательных компонентов с получением гранул. Проблема данного способа заключается в большом количестве солюбилизатора, необходимого для бифентрина, который придает готовым гранулам мягкость. В этом случае высокое содержание активных ингредиентов невозможно из-за нежелательной мягкости гранул.

В публикации WO2002076213 A1 описана пестицидная композиция, содержащая указанные пиретроиды и органофосфаты в массовом соотношении от 50:1 до 1:5, причем пиретроид выбран из дельтаметрина, фенвалерата, эсфенвалерата, цифлутрина, бета-цифлутрина и бифентрина, а органофосфатный инсектицид выбран из триазофоса, профенофоса, хлорпирифос-метила, монокротофоса, ацефата, метамидофоса и диэтил-1-денил-1Н-1,2,4-триазол-3-илфосфата.

Несмотря на то что в прошлом были предприняты различные действия по разработке стабильной пестицидной композиции, содержащей активные ингредиенты с низкой температурой плавления и влагочувствительные активные ингредиенты, все еще существует насущная потребность в разработке альтернативного, простого и эффективного продукта и способа создания стабильных пестицидных композиций из этих активных ингредиентов. Кроме того, существует потребность в разработке таких составов, в которых преодолены недостатки предшествующего уровня техники и которые демонстрируют повышенную стабильность в отношении разложения влагочувствительных активных веществ и возможность диспергирования/суспензирования активного ингредиента с низкой температурой плавления в комбинации. Физическая стабильность состава во время хранения/использования является ключевой проблемой в данной области, и эту проблему необходимо решать.

Цели

Целью изобретения является обеспечение агрохимической композиции, содержащей активный ингредиент с низкой температурой плавления и влагочувствительный активный ингредиент.

Другая цель настоящего изобретения заключается в обеспечении стабильной агрохимической композиции, содержащей активный ингредиент с низкой температурой плавления и влагочувствительный активный ингредиент.

Другая цель настоящего изобретения заключается в обеспечении способов борьбы с вредителями с использованием композиций настоящего изобретения.

Еще одна цель настоящего изобретения заключается в обеспечении непылящей, сыпучей, стабильной при хранении сухой композиции, содержащей по меньшей мере один активный ингредиент с низкой температурой плавления и влагочувствительный активный ингредиент.

Изложение сущности изобретения

В соответствии с вышеизложенными целями в настоящем изобретении предложена стабильная агрохимическая композиция, содержащая:

а) по меньшей мере один активный ингредиент с низкой температурой плавления, при этом указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления выбран из пиретроидных инсектицидов и стробилуриновых фунгицидов;

б) по меньшей мере один влагочувствительный активный ингредиент, при этом указанный влагочувствительный активный ингредиент выбран из группы, состоящей из ацефата, азинофосметила, карбофурана, хлорпирифоса, кумафоса, круфомата, диметоата, этопропа, фамфура, фенамифоса, изофенфоса, метамидофоса, метидатиона, метилпаратиона, мевинфоса, монокротофоса, метамнатрия, фосалона, фосмета, фосфамидона, профенофоса, тетраэтилпирофосфата (ТЕРР), тербуфоса, тетрахлорвинфоса, трихлорфоса и их комбинаций; и

с) добавку, причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления указанного активного ингредиента с низкой температурой плавления, и при этом указанная добавка выбрана из группы, содержащей полиэтиленгликоль (ПЭГ) 6000, ПЭГ-4000 и ПЭГ-8000.

В предпочтительном варианте осуществления указанной композиции указанный активный ингре-

диент с низкой температурой плавления выбран из группы, состоящей из бифентрина, циперметрина, фенвалерата, перметрина, альфа-циперметрина, бета-циперметрина, зета-циперметрина, дельтаметрина, цифлутрина, лямбда-цигалотрина и биоресметрина, а также их смесей.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления указанной композиции указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления представляет собой бифентрин.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления указанной композиции указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления представляет собой трифлуксистробин.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления указанная композиция содержит от 0,1% мас./мас. до 30% мас./мас. активного ингредиента с низкой температурой плавления от общей массы агрохимической композиции.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления указанной композиции указанный влагочувствительный активный ингредиент представляет собой ацефат.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления указанная композиция содержит от 0,5% мас./мас. до 95% мас./мас. влагочувствительного активного ингредиента от общей массы агрохимической композиции.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления состав указанной композиции имеет форму сухого текучего состава (DF).

В соответствии с вышеизложенными целями в настоящем изобретении предложен способ получения описанной выше стабильной агрохимической композиции, включающий:

- (a) смешивание активного ингредиента с осажденным диоксидом кремния с получением премикса;
- (b) измельчение премикса в воздушоструйной мельнице для получения измельченного активного ингредиента с низкой температурой плавления в виде частиц желаемого размера;
- (c) добавление к измельченному активному ингредиенту влагочувствительного активного ингредиента и добавки, причем указанная добавка имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления, и перемешивание с получением премикса;
- (d) обработку премикса путем гранулирования с прессованием для получения гранул, при этом указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления выбран из пиретроидных инсектицидов и стробилуриновых фунгицидов.

В предпочтительном варианте осуществления указанного способа указанная обработка премикса гранулированием с прессованием включает в себя обработку премикса по отдельности, последовательно или одновременно путем прессования, а также гранулирования.

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

Подробное описание изобретения

Авторы настоящего изобретения неожиданно обнаружили, что стабильная агрохимическая композиция в форме гранулированной композиции активного ингредиента с низкой температурой плавления и влагочувствительного активного ингредиента может быть приготовлена путем смешивания активного ингредиента с низкой температурой плавления с влагочувствительным активным ингредиентом в присутствии добавки и обработку такого премикса путем гранулирования с прессованием.

Неожиданно было обнаружено, что добавка, применяемая авторами изобретения, препятствует изменению кристаллов активного ингредиента с низкой температурой плавления или формированию корки на гранулах. Действительно, неожиданно было обнаружено, что добавка настоящего изобретения позволяет хранить продукт при любых условиях и при этом все еще сохранять качество продукта без какого-либо ухудшения диспергируемости, суспензируемости и доступности активного вещества.

Принятым способом проверки состава на долговременную стабильность и эффективность является выдерживание состава при 54 градусах в течение 14 дней, что называется тестом ускоренной термостабильности (AHS), с последующей проверкой диспергируемости, суспензируемости и испытанием мокрым просеиванием. Снижение диспергируемости и суспензируемости указывает на плохие характеристики состава в поле после длительного хранения, а увеличение результата в испытании с мокрым просеиванием указывает на образование крупных частиц, которые в поле будут засорять сопло.

Авторы изобретения отмечают, что состав настоящего изобретения проходит все испытания после AHS, тем самым доказывая полевую эффективность даже после длительного хранения. Считается, что добавка, используемая в ходе процесса, позволяет составу сохранять стабильность в течение более длительного времени хранения.

В настоящем документе термин "композиция" используется взаимозаменяемо с термином "состав" и предназначен для обозначения стабильного твердого сухого текучего вещества, предназначенного для предотвращения повреждения сельскохозяйственных культур и создания таких повреждений насекомыми и вредителями.

В настоящем документе соединения именуются "активным ингредиентом с низкой температурой

плавления", и этот термин признан в соответствующей области, в частности в области агрохимических композиций. В частности, активное соединение с низкой температурой плавления в соответствии с настоящим изобретением представляет собой соединение, имеющее температуру плавления менее около 100°C, менее около 90°C, менее около 85°C, менее около 80°C, менее около 75°C или менее около 70°C или имеющее способность затвердевать при комнатной температуре. В определенных вариантах осуществления соединение с низкой температурой плавления в соответствии с изобретением представляет собой соединение с температурой плавления в диапазоне от около 20°C до около 100°C. В конкретных вариантах осуществления соединение с низкой температурой плавления представляет собой соединение с температурой плавления в диапазоне от около 25°C до около 100°C, от около 30°C до около 100°C, от около 30°C до около 90°C, от около 30°C до около 80°C, от около 30°C до около 70°C, от около 40°C до около 90°C, от около 40°C до около 80°C, от около 50°C до около 90°C, от около 50°C до около 80°C или от около 50°C до около 70°C.

Термин "влагочувствительный активный ингредиент" относится к соединению, имеющему способность поглощать влагу и подвергаться разложению или другим изменениям физико-химических параметров.

В настоящем документе термин "гранулирование с прессованием" обозначает процесс гранулирования, при котором композиции, содержащие активные ингредиенты, по отдельности, последовательно или параллельно подвергают прессованию путем приложения давления, а также гранулированию с помощью подходящего механизма, такого как экструзия.

В настоящем документе термин "разложение" обозначает потерю активного ингредиента в результате воздействия влаги / или при хранении.

Термин "температура размягчения" означает температуру, при которой добавка приобретает определенную степень мягкости. Температура размягчения близка к температуре плавления добавки, но ниже ее.

Используемый в настоящем документе термин "участок" относится к месту, в котором применяют комбинацию в соответствии с изобретением. Он включает в себя нанесение на отдельное растение, группу растений, например растение и/или его окружение, и область, в которой могут быть посажены растения, а также нанесение непосредственно на насекомое или насекомых и/или вблизи места их нахождения.

Термин "агрохимическое" в контексте настоящего изобретения относится к любому агенту, применяемому для уничтожения насекомых, арахнидов, грибов, нежелательной растительности, грызунов и других вредителей.

Термин "насекомые" включает в себя все организмы класса "Insecta". Термин "инсектицидный" относится к способности вещества увеличивать смертность или подавлять рост насекомых.

Термин "растения" относится ко всем физическим частям растения, включая семена, рассаду, саженцы, корни, клубни, стебли, побеги, листву и плоды.

Термин "агрохимически эффективное количество активного вещества" относится к количеству активного вещества, которое убивает растение, которое необходимо побороть, или ингибирует его болезнь в количестве, которое не является существенно токсичным для растения, подвергаемого обработке.

Под "контролем" или "борьбой" с насекомыми подразумевается ингибирование посредством токсического эффекта способности насекомых-вредителей выживать, расти, кормиться и/или размножаться, или ограничение вызванного насекомыми урона или потерь сельскохозяйственных культур. "Борьба" с насекомыми может означать или не означать уничтожение насекомых, хотя предпочтительно означает уничтожение насекомых.

Авторы настоящего изобретения обнаружили, что, добавляя к композиции влагочувствительного активного ингредиента, предпочтительно органофосфатного инсектицида, добавки и активного ингредиента с низкой температурой плавления, получали высокостабильные композиции. Стабильная композиция, получаемая путем добавления добавки, способствует образованию гранул в отсутствие воды. Таким образом, в настоящем изобретении предложены композиции, с которыми можно не использовать воду.

Без ограничений, накладываемых какой-либо теорией, авторы настоящего изобретения неожиданно обнаружили, что добавление добавки с низкой температурой размягчения или добавки с низкой температурой плавления к комбинации активного ингредиента с низкой температурой плавления, такого как пиретроиды, и влагочувствительных активных ингредиентов, таких как фосфорорганический инсектицид, приводит к получению устойчивых гранулированных композиций.

Сухие текучие материалы или гранулы настоящего изобретения легко готовить и хранить, они обладают хорошей диспергируемостью и суспензируемостью при хранении. Применение добавки для получения указанной стабильной инсектицидной композиции без воды устраняет влагу, которая приводит к разложению влагочувствительного активного вещества, такого как ацефат, а прессование при температуре ниже температуры плавления пиретроидов с низкой температурой плавления (т.е. 30-58 градусов Цельсия) позволяет избежать проблемы слеживания, которая возникает из-за плавления и постепенного охлаждения во время колебаний температуры при обработке и при хранении.

Таким образом, в аспекте в настоящем изобретении может быть предложена стабильная агрохими-

ческая композиция, содержащая:

- a) по меньшей мере один активный ингредиент с низкой температурой плавления;
- b) по меньшей мере один влажочувствительный активный ингредиент; и
- c) добавку, причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В другом аспекте в настоящем изобретении может быть предложена стабильная инсектицидная композиция, содержащая:

- a) по меньшей мере один пиретроид с низкой температурой плавления;
- b) по меньшей мере один влажочувствительный инсектицид; и
- c) добавку, причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления пиретроида с низкой температурой плавления.

В варианте осуществления активный ингредиент с низкой температурой плавления настоящего изобретения может быть выбран из инсектицидов, аттрактантов, стерилизующих, бактерицидов, акарицидов, нематодцидов, фунгицидов, регуляторов роста, гербицидов, удобрений и смесей.

В предпочтительном варианте осуществления активный ингредиент с низкой температурой плавления настоящего изобретения выбран из инсектицидов, аттрактантов, стерилизующих, бактерицидов, акарицидов, нематодцидов, фунгицидов и регуляторов роста.

В варианте осуществления активный ингредиент с низкой температурой плавления настоящего изобретения выбран из нитротализопрпила, миклобутанила, пипроктаилбромид, джодфенфоса, имазапила, лямбда-цигалтрина, трифлумизола, вимидотиона, ксилиткарба, токлофосметила, протоата, пирипроксифена, гидрохлорида пропамокарба, тифлутрина, ресметрина, хлорпрофама, клоэтоккарба, диметоата-S, цифлутрина, циперметрина, азинфосэтила, азинфосметила, беналаксила, беназолинэтила, бутоккарбоксимата, бензоксимата, биоресметрина, бромпропилата, боракса, бифенила, флуругликофенэтила, фенбукарба, фентиокарба, фенсульфотиона, фосметилана, фуралаксила, дикегулака, тринексапакэтила, этиофенкарба, этирдиазола, фенамифоса, феназахины, EPN, додеморфа, мекарфона, этаконазола, флуорбензида, фурмсециклокса, фенфлутрина, флуэнетила, ацехиноцила, скрадана, трансфлутрина, ципродинила, фосфолана, круфомата, хлорфоксима, хлоропропилата, диаллата, хлорфенпропа, камфехлора, хлорбензида, хлордимеформа, фосфоновой кислоты, трифлуксистеробина, пикоксистеробина, гамма-цигалотрина, кодлемона, спинеторама, цифлуметофена.

В варианте осуществления активный ингредиент с низкой температурой плавления настоящего изобретения выбран из стробилуринов или пиретроидов.

Пиретроид с низкой температурой плавления может быть выбран, без ограничений, из циперметрина, фенвалерата, перметрина, альфа-циперметрина, бета-циперметрина, дельтаметрина, цифлутрина, бифентрина, лямбда-цигалотрина и/или биоресметрина или их смесей.

В другом предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения пиретроид с низкой температурой плавления выбран из бифентрина, циперметрина, альфа-циперметрина, бета-циперметрина и зета-циперметрина.

Таким образом, в другом предпочтительном варианте осуществления пиретроид с низкой температурой плавления может представлять собой бифентрин.

В варианте осуществления стробилуринов с низкой температурой плавления может быть выбран из трифлуксистеробина или пикоксистеробина.

В варианте осуществления в настоящем изобретении может быть предложена стабильная агрохимическая композиция, содержащая от около 0,1% до около 30% мас./мас. и предпочтительно от около 0,2% до около 20% мас./мас. пиретроида с низкой температурой плавления от общей массы стабильной агрохимической композиции.

В другом варианте осуществления настоящего изобретения может быть предложена стабильная инсектицидная композиция, содержащая от около 0,1% до около 30% мас./мас. а предпочтительно от около 0,2% до около 20% мас./мас. пиретроида с низкой температурой плавления от общей массы стабильной инсектицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения стабильная инсектицидная композиция содержит от около 1% до около 10% мас./мас. пиретроида с низкой температурой плавления от общей массы стабильной инсектицидной композиции.

В варианте осуществления влажочувствительный активный ингредиент, присутствующий в композициях, может быть выбран из фосфорорганических инсектицидов.

В варианте осуществления влажочувствительный фосфорорганический инсектицид может быть выбран, без ограничений, из ацефата, азинофосметила, карбофурана, хлорпирифоса, кумафоса, круфомата, диметоата, этопропа, фамфура, фенамифоса, изофенфоса, метамидофоса, метидатиона, метилпаратиона, мевинфоса, монокротофоса, метамнатрия, фосалона, фосмета, фосфамидона, профенофоса, тетраэтилпирфосфата (TEPP), тербуфоса, тетрахлорвинфоса, трихлорфоса и их комбинаций.

Предпочтительные фосфорорганические инсектициды могут быть выбраны из ацефата, профенофоса, фосфомидона или их смесей.

Соответственно, в варианте осуществления настоящего изобретения может быть предложена стабильная инсектицидная композиция, содержащая от около 0,5% до около 95% мас./мас. а предпочтительно от около 10% до около 85% мас./мас. фосфорорганического инсектицида от общей массы стабильной инсектицидной композиции.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения стабильная инсектицидная композиция содержит от около 40% до около 85% мас./мас. фосфорорганического инсектицида от общей массы стабильной инсектицидной композиции.

В варианте осуществления настоящего изобретения содержит добавку, которая имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В другом варианте осуществления настоящего изобретения содержит добавку, которая имеет температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В варианте осуществления температура размягчения добавки меньше температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения содержит добавку, которая является водорастворимой.

В варианте осуществления добавка настоящего изобретения может быть выбрана, без ограничений, из полиэтиленгликоля (ПЭГ) 6000, ПЭГ-4000, ПЭГ-8000, нонилфенола 30 ЕО или высокомолекулярного этоксилата или пропоксилата жирной кислоты, спирта жирной кислоты, растительных масел, поливиниловых спиртов, полиакрилатов, крахмала, карбоксиметилцеллюлозы, альгиновой кислоты, агара, гурамирабика и ксантановой камеди.

В другом варианте осуществления добавка настоящего изобретения предпочтительно может быть выбрана из полиэтиленгликоля (ПЭГ) 6000, ПЭГ-4000, ПЭГ-8000, растительных масел и эфиров целлюлозы.

В предпочтительном варианте осуществления добавка настоящего изобретения может быть выбрана из полиэтиленгликолей.

В варианте осуществления в композициях в соответствии с настоящим изобретением добавка присутствует в количестве от около 1% до около 30% по массе композиции. Более предпочтительно добавка присутствует в количестве от около 3% до около 20% по массе состава.

Стабильные инсектицидные композиции настоящего изобретения могут дополнительно содержать одно или более диспергирующих веществ, смачивающих агентов, наполнителей, поверхностно-активных веществ, агентов против слеживания, регуляторов рН, консервантов, биоцидов, противовспенивающих агентов, красителей и других вспомогательных составов.

Диспергирующие вещества могут быть выбраны из ионных и неионных диспергирующих веществ для обеспечения легкого распада гранул в воде, таких как соли полистирольных сульфоновых кислот, соли поливинилсульфоновых кислот, соли конденсатов нафталинсульфоновой кислоты с формальдегидом, соли конденсатов нафталинсульфоновой кислоты, феносульфоновой кислоты и формальдегида и соли лигносульфоновой кислоты, блок-сополимеры полиэтиленоксида/полипропиленоксида, простые эфиры полиэтиленгликоля и линейных спиртов, продукты реакции жирных кислот с этиленоксидом и/или пропиленоксидом, кроме того, поливиниловый спирт, поливинилпирролидон, сополимеры поливинилового спирта и поливинилпирролидона и сополимеры (мет)акриловой кислоты и сложных (мет)акриловых эфиров, кроме этого, этоксилированный, алкиларилфосфатированный и сульфатированный сложный эфир алкилэтоксилатов и алкиларилэтоксилатов. Предпочтительные диспергирующие агенты включают в себя производное этоксилатов растительного масла или смесь одного или более из них; или стиролакриловые полимеры или их смеси.

Смачивающие агенты могут быть выбраны из мыл; солей алифатических сложных моноэфиров серной кислоты, включая, без ограничений, лаурилсульфат натрия, сульфоалкиламида и их соли, включая, без ограничений, соль натриевую N-метил-N-олеоилтаурата; и алкиларилсульфонаты, включая, без ограничений алкилбензолсульфонаты; алкилнафталинсульфонаты и их соли, и соли лигнинсульфоновой кислоты.

В варианте осуществления наполнители могут быть выбраны из нерастворимых наполнителей и растворимых наполнителей.

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

В варианте осуществления предпочтительным является получение инсектицидной композиции в соответствии с изобретением в виде сухих текучих материалов (DF).

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

К подходящим красителям (например, красным, синим и зеленым) относятся предпочтительно пигменты, которые умеренно растворимы в воде, и красители, которые являются водорастворимыми. 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 соответствии с предпочтительным вариантом осуществления настоящее изобретение может обеспечивать стабильные инсектицидные композиции, содержащие ацефат, бифентрин и добавку, которая имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В соответствии с конкретными вариантами осуществления стабильная инсектицидная композиция настоящего изобретения может содержать от около 0,5% до около 95% мас./мас. ацефата, от около 0,1% до около 30% мас./мас. бифентрина, от около 1,0% до около 30% мас./мас. добавки, имеющей температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В соответствии с другим конкретным вариантом осуществления стабильная инсектицидная композиция настоящего изобретения может содержать от около 5,0% до около 80% мас./мас. ацефата, от около 1,0% до около 20% мас./мас. бифентрина, от около 5,0% до около 20% мас./мас. ПЭГ-6000 в качестве добавки.

В соответствии с вариантом осуществления настоящего изобретения предложена стабильная агрохимическая композиция, содержащая ацефат, трифлуксистробин и добавку, которая имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В соответствии с конкретными вариантами осуществления стабильная агрохимическая композиция настоящего изобретения может содержать от около 0,5% до около 95% мас./мас. ацефата, от около 0,1% до около 30% мас./мас. трифлуксистробина, от около 1,0% до около 30% мас./мас. добавки, имеющей температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении предложен способ получения стабильной агрохимической композиции. Этот способ включает:

1) предварительное смешивание по меньшей мере одного активного ингредиента с низкой температурой плавления, по меньшей мере одного влагочувствительного активного ингредиента и добавки, причем добавка имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления; и

2) обработку этого премикса путем гранулирования с прессованием.

В варианте осуществления способ настоящего изобретения включает дополнительные традиционные стадии, которые могут быть необходимы, но не критичны для обеспечения преимуществ настоящего изобретения.

В соответствии с другим вариантом осуществления настоящего изобретения в процессе получения стабильной агрохимической композиции гранулирование с прессованием можно проводить таким образом, чтобы композицию можно было отдельно, последовательно или одновременно прессовать, а также гранулировать.

В варианте осуществления в настоящем изобретении предложен способ получения стабильной агрохимической композиции. Этот способ включает:

1) предварительное смешивание по меньшей мере одного активного ингредиента с низкой температурой плавления, по меньшей мере одного влагочувствительного активного ингредиента и добавки, причем добавка имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления; и

2) обработку премикса по отдельности, последовательно или одновременно прессованием и гранулированием.

В предпочтительном варианте осуществления способ получения стабильной инсектицидной композиции включает следующие стадии:

1) смешивание активного ингредиента, выбранного из по меньшей мере одного пиретроида с низкой температурой плавления, с необходимым количеством осажденного диоксида кремния с получением премикса;

2) измельчение премикса с другими добавками или без них в воздушоструйной мельнице для получения измельченного пиретроида с низкой температурой плавления в виде частиц желаемого размера;

3) добавление к измельченному молотому пиретроиду с низкой температурой плавления, фосфорорганического активного ингредиента и добавки, причем добавка имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления, и любой (-ых) другой (-их) необходимой (-ых) добавки (-ок) и перемешивание с получением премикса;

4) обработку премикса гранулированием с прессованием для получения гранул.

Полученные таким образом гранулы предпочтительно тестируют на соответствие требуемым спецификациям качества. После того как гранулы прошли проверку соответствия качеству, их предпочтительно засыпают и упаковывают в виде сухих текучих материалов в желаемую упаковку.

Премикс активного ингредиента с низкой температурой плавления, влагочувствительного активного ингредиента и добавки также может быть обработан путем предварительного прессования с последующей вальцово-экструзией. Такое предварительное смешивание влагочувствительного активного ингредиента и активного ингредиента с низкой температурой плавления с добавкой предотвращает ухудшение свойств влагочувствительного активного ингредиента в композиции, а предварительное прессование предотвращает плавление активных ингредиентов с низкой температурой плавления в процессе экструзии.

Композиция настоящего изобретения имеет все преимущества, описанные выше, что делает ее выгодной с экономической точки зрения и с точки зрения удобства обращения, и демонстрирует очень хорошие характеристики во время применения. Как будет показано в примерах, композиция настоящего изобретения демонстрирует хорошую суспензируемость, стабильность, диспергируемость и свободную текучесть и проходит тесты с мокрым просеиванием.

В соответствии с вариантом осуществления в настоящем изобретении предложено применение стабильной агрохимической композиции, содержащей по меньшей мере один активный ингредиент с низкой температурой плавления, по меньшей мере один влагочувствительный активный ингредиент и добавку, причем у добавки температура размягчения или температура плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления, в качестве агрохимически активной композиции.

В варианте осуществления стабильные композиции в соответствии с настоящим изобретением используют в качестве инсектицидов.

Соответственно, стабильные инсектицидные композиции настоящего изобретения обеспечивают быстрое высокоэффективное уничтожение вредителей. Они представляют собой мощное летальное средство уничтожения трудноуничтожимых вредителей, в особенности Lepidoptera, Coleoptera, Diptera, Hemiptera, предпочтительно эффективное в отношении насекомых-вредителей, таких как чешуекрылые, щитники и слепняки.

В варианте осуществления сельскохозяйственные культуры, на которых можно использовать композиции настоящего изобретения, могут быть выбраны, без ограничений, из зерновых, таких как пшеница, овес, ячмень, полба, тритикале, рожь, кукуруза, просо, рис, таких сельскохозяйственных культур, как сахарный тростник, соя, подсолнечник, рапс, канола, табак, сахарная свекла, кормовая свекла; клубневых культур, таких как картофель, батат и т.д., таких культур, как спаржа, хмель и т.д.; фруктовых растений, таких как яблони, груши, косточковых фруктов, такие как, например, персики, нектарины, вишни, сливы, абрикосы, цитрусовых, таких как апельсины, грейпфруты, лаймы, лимоны, кумкваты, мандарины, мандарины уншиу; орехов, таких как фисташки, миндаль, грецкие орехи, орехи пекан, тропических фруктов, таких как манго, папайя, ананас, финики, бананы и т.д., виноград, овощей, таких как салат-эндивий, салат-рапунцель, салат-латук, фенхель, шаровидный салат и салат с отрывными листьями, мангольд, шпинат, цикорий, цветная капуста, брокколи, китайская капуста, кормовая капуста (зимняя капуста или кудрявая капуста), кольраби, брюссельская капуста, красная капуста, белокочанная капуста и савойская капуста, плодовых овощей, таких как баклажаны, огурцы, паприка, кабачки, помидоры, цукини, сладкая кукуруза, корнеплодов, таких как корневой сельдерей, репа, морковь, брюква, редис, хрен, свекла, козлобородник, салатный сельдерей, бобовых, таких как горох, фасоль и т.д., луковичных овощей, таких как лук-порей, лук и т.д., масличных культур, таких как горчица, мак, маслины, подсолнечник, кокосовые орехи, клещевина, какао-бобы, арахис; волокнистых прядильных культур, таких как хлопок, джут, лен, конопля, таких культур, как чай, кофе, каучук, декоративных растений, включая кустарники и цветущие растения, виноград, пастбищные и подножные культуры.

В варианте осуществления композиции настоящего изобретения можно необязательно смешивать с другими инсектицидами, аттрактантами, стерилизантами, бактерицидами, акарицидами, нематоцидами, фунгицидами, регуляторами роста, гербицидами, удобрениями и их смесями.

В варианте осуществления в настоящем изобретении предложен способ борьбы с нежелательными вредителями, причем указанный способ включает нанесение на вредителей или на участок стабильных композиций в соответствии с настоящим изобретением.

Таким образом, в варианте осуществления в настоящем изобретении могут быть предложены способы борьбы с насекомыми-вредителями на участке, причем указанный способ включает применение инсектицидно-эффективного количества композиций, содержащих:

- a) по меньшей мере один пиретроид с низкой температурой плавления;
- b) по меньшей мере один влагочувствительный фосфорорганический инсектицид; и
- c) добавку;

причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления пиретроида с низкой температурой плавления.

В варианте осуществления в настоящем изобретении могут быть предложены способы борьбы с насекомыми-вредителями, такими как насекомые из классов инсектицидов Lepidopteran, Coleopteran, Dipteran, Hemipteran.

В другом аспекте настоящее изобретение включает в себя набор. Набор содержит множество ком-

понентов, причем каждый из компонентов может включать в себя по меньшей мере один или более из ингредиентов композиций настоящего изобретения.

В варианте осуществления компоненты набора могут быть смешаны непосредственно перед использованием в любом из способов их применения, описанных в настоящем изобретении.

В варианте осуществления набор содержит инструкцию по эксплуатации, которая предписывает пользователю набора смешивать компоненты в заранее определенных количествах или в заранее определенной пропорции перед использованием.

В варианте осуществления инструкция по эксплуатации предписывает пользователю набора использовать композицию против заранее указанных насекомых на заранее указанных сельскохозяйственных культурах.

Соответственно, в варианте осуществления в настоящем изобретении обеспечен набор, содержащий:

- (a) по меньшей мере один компонент активного ингредиента с низкой температурой плавления;
- (b) по меньшей мере один компонент влагочувствительного активного ингредиента; и
- (c) компонент-добавку, причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления указанного активного ингредиента с низкой температурой плавления.

В другом варианте осуществления в настоящем изобретении предложен набор, содержащий:

- a) по меньшей мере один компонент-пиретроид с низкой температурой плавления;
- b) по меньшей мере один компонент-влагочувствительный инсектицид; и
- (c) компонент-добавку, причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления пиретроида с низкой температурой плавления.

В варианте осуществления ингредиент активного компонента с низкой температурой плавления настоящего изобретения содержит стробилурины или пиретроиды.

Пиретроид с низкой температурой плавления может быть выбран, без ограничений, из циперметрина, фенвалерата, перметрина, альфациперметрина, бетациперметрина, дельтаметрина, цифлутрина, бифентрина, лямбда-цигалотрина и/или биоресметрина или их смесей.

В другом предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения пиретроид с низкой температурой плавления выбран из бифентрина, циперметрина, альфа-циперметрина, бета-циперметрина и зета-циперметрина.

Таким образом, в другом предпочтительном варианте осуществления пиретроид с низкой температурой плавления может представлять собой бифентрин.

В варианте осуществления стробилуринов с низкой температурой плавления может быть выбран из трифлуксистробина или пикоксистробина.

В варианте осуществления набор содержит инструкции, предписывающие пользователю использовать от около 0,1% до около 30% мас./мас. компонента-пиретроида с низкой температурой плавления.

В варианте осуществления набор содержит ингредиент влагочувствительного активного компонента, выбранный из фосфорорганических инсектицидов.

В варианте осуществления набор содержит инструкцию, предписывающую пользователю использовать от около 0,5% до около 95% мас./мас. компонента фосфорорганического инсектицида.

В варианте осуществления набор содержит компонент-добавку, причем добавка выбрана из полиэтиленгликоля (ПЭГ) 6000, ПЭГ-4000, ПЭГ-8000, нонилфенола 30 ЕО или высокомолекулярного этоксила или пропоксилата жирной кислоты, спирта жирной кислоты, растительных масел, поливиниловых спиртов, полиакрилатов, крахмала, карбоксиметилцеллюлозы, альгиновой кислоты, агара, гуммиарабика и ксантановой камеди.

В варианте осуществления набор содержит инструкцию, предписывающую пользователю смешивать от около 1% до около 30% компонента-добавки.

В соответствии с предпочтительным вариантом осуществления в настоящем изобретении может быть предложен набор, содержащий компонент-ацефат, компонент-бифентрин и компонент-добавку, который имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления бифентрина.

В соответствии с другим предпочтительным вариантом осуществления в настоящем изобретении предложен набор, содержащий инструкцию, предписывающую пользователю добавлять в смесь от около 0,5% до около 95% мас./мас. компонента-ацефата, от около 0,1% до около 30% мас./мас. компонента-бифентрина, от около 1,0% до около 30% мас./мас. добавки, имеющей температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления бифентрина.

В соответствии с другим конкретным вариантом осуществления в настоящем изобретении предложен набор, содержащий компонент-ацефат, который по инструкции предписано использовать в количестве от около 5,0% до около 80% мас./мас. компонент-бифентрин, который по инструкции предписано использовать в количестве от около 1,0% до около 20% мас./мас. и компонент-ПЭГ 6000, который по инструкции предписано использовать в количестве от около 5,0% до около 20% мас./мас.

В варианте осуществления набор содержит компонент-ацефат, компонент трифлуксистробин и компонент-добавку, который имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже, чем у трифлуксистробина.

В варианте осуществления набор содержит инструкции по смешиванию от около 0,5% до около 95% мас./мас. компонента-ацефата, от около 0,1% до около 30% мас./мас. компонента-трифлуксистробина и от около 1,0% до около 30% мас./мас. компонента-добавки, причем добавка имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления трифлуксистробина.

В варианте осуществления набор содержит инструкции по применению компонентов набора в качестве инсектицида или фунгицида.

В варианте осуществления набор содержит инструкции по применению компонентов против *Lepidoptera*, *Coleoptera*, *Diptera*, *Hemiptera*, предпочтительно против чешуекрылых, щитников и слепняков.

В варианте осуществления набор содержит инструкции по применению компонентов для культур, выбранных из зерновых, таких как пшеница, овес, ячмень, полба, тритикале, рожь, кукуруза, просо, рис; таких сельскохозяйственных культур, как сахарный тростник, соя, подсолнечник, рапс, канола, табак, сахарная свекла, кормовая свекла; клубневых культур, таких как картофель, батат и т.д.; таких сельскохозяйственных культур, как спаржа, хмель и т.д.; фруктовых растений, таких как яблоны, груши, косточковых фруктов, таких как, например, персики, нектарины, вишни, сливы, абрикосы, цитрусовые, такие как апельсины, грейпфруты, лаймы, лимоны, кумкваты, мандарины, мандарины уншиу; орехов, таких как фисташки, миндаль, грецкие орехи, орехи пекан; тропических фруктов, таких как манго, папайя, ананас, финики, бананы и т.д.; винограда; овощей, таких как салат-эндивий, салат-рапунцель, салат-латук, фенхель, шаровидный салат и салат с отрывными листьями, мангольд, шпинат, цикорий, цветная капуста, брокколи, китайская капуста, кормовая капуста (зимняя капуста или кудрявая капуста), кольраби, брюссельская капуста, красная капуста, белокочанная капуста и савойская капуста; плодовых овощей, таких как баклажаны, огурцы, паприка, кабачки, помидоры, цуккини, сладкая кукуруза; корнеплодов, таких как корневого сельдерея, репа, морковь, брюква, редис, хрен, свекла, козлобородник, салатный сельдерей; бобовых, таких как горох, фасоль и т.д.; луковичных овощей, таких как лук-порей, лук и т.д.; масличных культур, таких как горчица, мак, маслины, подсолнечник, кокосовые орехи, клещевина, какаобобы, арахис; волокнистых прядильных культур, таких как хлопок, джут, лен, конопля; таких культур, как чай, кофе, каучук, декоративных растений, включая кустарники и цветущие растения, виноград, пастбищные и подножные культуры.

Авторам настоящего изобретения удалось получить стабильную композицию путем осторожного объединения по меньшей мере одного влагочувствительного активного ингредиента, по меньшей мере одного активного ингредиента с низкой температурой плавления и добавки, причем добавка имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления, а также процесс его получения. Оптимальная концентрация активных веществ, а также ингредиентов состава, с помощью которых удалось получить стабильный состав сухого текучего материала (DF), была создана с помощью экспериментов, пример которых приведен ниже.

Эти примеры приведены в качестве иллюстрации и не должны считаться каким-либо образом ограничивающими объем и базовые принципы изобретения. Несомненно, специалистам в данной области из предшествующего описания будут очевидны различные модификации настоящего изобретения, в дополнение к модификациям, описанным в представленных ниже примерах и представленном выше описании.

Хотя приведенное выше письменное описание изобретения позволяет обычному специалисту в данной области готовить и использовать то, что в настоящее время считается лучшим вариантом, обычные специалисты поймут и оценят существование вариаций, комбинаций и эквивалентов конкретного варианта осуществления, способа и примеров, представленных в настоящем документе. Таким образом, изобретение не должно ограничиваться описанным выше вариантом осуществления, способом и примерами, но всеми вариантами осуществления и способами, входящими в объем и сущность настоящего изобретения.

Экспериментальные примеры

Представленные ниже примеры иллюстрируют базовую методологию и универсальность изобретения.

Пример 1. 74% мас./мас. ацефата и 6% мас./мас. бифентрина DF готовили следующим образом:

Ингредиенты	Количество, г
Ацефат	76,02
Бифентрин	6,63
Этоксилат касторового масла	4
ПЭГ-6000	11,50
Осажденный диоксид кремния (диоксид кремния РРТ)	1,85
Итого	100,00

Процедура. Технический бифентрин смешивали с осажденным диоксидом кремния для получения премикса бифентрина. Премикс бифентрина измельчали в воздушоструйной мельнице для получения требуемого размера частиц. К премиксу бифентрина добавляли ацефат, этоксилат касторового масла, ПЭГ-6000 и осажденный диоксид кремния с получением премикса бифентрин-ацефат. Затем премикс бифентрин-ацефат подвергали гранулированию с прессованием путем пропускания указанного премикса через вальцовый экструдер с получением гранул посредством множества проходов при температуре ниже температуры плавления бифентрина.

Пример 2. 74% мас./мас. ацефата и 6% мас./мас. бифентрина DF готовили следующим образом:

Ингредиенты	Количество, г
Ацефат	76,02
Бифентрин	6,63
Metasperse 550S	3,00
Этоксилат касторового масла	2,5
Соль диалкилнафталинсульфонат натрия	1,00
ПЭГ-6000	9,00
Диоксид кремния РРТ	1,85
Итого	100,00

Процедура. Бифентрин смешивали с диоксидом кремния для получения премикса бифентрина. Премикс измельчали в воздушоструйной мельнице для получения требуемого размера частиц. К премиксу бифентрина добавляли ацефат, Metasperse 550S, этоксилат касторового масла, соль диалкилнафталинсульфонат натрия, ПЭГ-6000 и осажденный диоксид кремния с получением премикса бифентрин-ацефат. Затем премикс бифентрин-ацефат подвергали гранулированию с прессованием путем пропускания указанного премикса через вальцовый экструдер с получением гранул посредством множества проходов при температуре ниже температуры плавления бифентрина.

Пример 3. 74% мас./мас. ацефата и 6% мас./мас. бифентрина DF готовили следующим образом:

Ингредиенты	Количество, г
Ацефат	76,02
Бифентрин	6,63

Metasperse 550S	3,00
Соль диалкилнафталинсульфонат натрия	1,00
ПЭГ-8000	13,10
Диоксид кремния РРТ	0,35
Итого	100,00

Процедура. Бифентрин смешивали с диоксидом кремния для получения премикса бифентрина. Премикс бифентрина измельчали в воздушоструйной мельнице для получения требуемого размера частиц. К премиксу бифентрина добавляли ацефат, Metasperse 550S, соль диалкилнафталинсульфонат натрия, ПЭГ-8000 и осажденный диоксид кремния с получением премикса бифентрин-ацефат. Затем премикс бифентрин-ацефат подвергали гранулированию с прессованием путем пропускания указанного премикса через вальцовый экструдер с получением гранул посредством множества проходов при температуре ниже температуры плавления бифентрина.

Пример 4. 74% мас./мас. ацефата и 6% мас./мас. бета-циперметрина DF готовили следующим образом:

Ингредиенты	Количество, г
Ацефат	76,02
Бета-циперметрин	6,53
Metasperse 550S	3,00
Соль диалкилнафталинсульфонат натрия	2,00
ПЭГ-4000	9,00
Сульфат аммония	3,10
Диоксид кремния РРТ	0,35
Итого	100,00

Процедура. Бета-циперметрин смешивали с диоксидом кремния с получением премикса бета-циперметрина. Премикс бета-циперметрина измельчали в воздушоструйной мельнице для получения требуемого размера частиц. К премиксу бета-циперметрина добавляли ацефат, Metasperse 550S, соль диалкилнафталинсульфонат натрия, диоксид кремния РРТ, сульфат аммония и ПЭГ-4000 с получением премикса бета-циперметрин-ацефат. Затем премикс бета-циперметрин-ацефат подвергали гранулированию с прессованием путем пропускания указанного премикса через вальцовый экструдер с получением гранул посредством множества проходов при температуре ниже температуры плавления бифентрина.

Пример 5. 74% мас./мас. ацефата и 6,5% мас./мас. трифлуксистробина DF готовили следующим образом:

Ингредиенты	Количество, г
Ацефат	76,02
Трифлуксиробин	7,04
Metasperse 550S	3,00
Соль диалкилнафталинсульфонат натрия	2,00
ПЭГ-6000	9,00
Сульфат аммония	2,59
Диоксид кремния РРТ	0,35
Итого	100,00

Процедура. Трифлуксиробин смешивали с диоксидом кремния с получением премикса трифлуксиробина. Премикс трифлуксиробина измельчали в воздушоструйной мельнице для получения требуемого размера частиц. Добавляли ацефат, Metasperse 550S, соль диалкилнафталинсульфонат натрия, диоксид кремния РРТ, сульфат аммония и ПЭГ 6000 с получением премикса трифлуксиробин-ацефат. Затем премикс трифлуксиробин-ацефат подвергали гранулированию с прессованием путем пропуска указанного премикса через вальцовый экструдер с получением гранул.

Данные по стабильности

Испытание на диспергируемость.

Композиции (примеры 6-10) в соответствии с настоящим изобретением исследовали на стабильность. Готовили образцы с использованием различных количеств активных ингредиентов и других ингредиентов, перечисленных в таблице ниже (табл. 1). Образцы были приготовлены в соответствии с процессом, описанным в примере 1. Образцы тестировали на диспергируемость, отслеживая количество переворачиваний, необходимых для достижения полной дисперсии.

Таблица 1

Ингредиенты	Пример	Пример	Пример	Пример	Пример	Пример
	6	7	8	9	10	11
Ацефат	76,02	76,02	76,02	76,02	76,02	76,02
Бифентрин	6,63	6,53	6,63	6,63	6,63	6,53
Добавка*	11,50	13,10	7,50	10,00	3,00	9,00
Диоксид кремния РРТ	1,85	0,35	2,85	1,85	3,85	0,35
Этоксилат касторового масла	4,00	-	-	2,00	4,5	-
Sorghog-4D384	-	-	3,00	2,00	-	-
Соль диалкилнафталинсульфонат натрия	-	1,00	-	1,50	1,00	2,00
Metasperse 550S	-	3,00	-	-	3,00	3,00
Сульфат аммония	-	-	4,0	-	2,00	3,10
Кол-во переворачиваний	15	13	12	13	12	12

* добавка выбрана из ПЭГ-6000, ПЭГ-4000 и ПЭГ-8000.

Количество переворачиваний, необходимое для достижения полной дисперсии гранул, определяли

с помощью следующей процедуры. Брали мерный цилиндр объемом 250 мл и добавляли в цилиндр 2 г образца. Смесь оставляли для смачивания на 2 мин. Затем мерный цилиндр закрывали путем установки пробки, наклоняли до 180°C и возвращали в исходное положение за 2 секунды.

Было отмечено, что хорошая дисперсия композиций настоящего изобретения происходила приблизительно за 12-15 переворачиваний, и композиции хорошо подходят для хранения.

Испытание на суспензируемость и стабильность активного ингредиента.

Составы DF, полученные в соответствии с настоящим изобретением, исследовали на суспензируемость, разложение активного ингредиента, а также их влияние на стабильность композиции. Образцы (примеры 7 и 11) готовили в соответствии с примером 1.

Образцы выдерживали при температуре (54±2)°C в течение 14 дней и тестировали параметры стабильности, такие как суспензируемость, анализ с мокрым просеиванием и разложение активных ингредиентов. Результаты приведены в табл. 2.

Таблица 2

Физико-химические свойства	Пример 7		Пример 11	
	0 дней	14 дней	0 дней	14 дней
% ацефата	74,35	72,77	74,42	71,55
% бифентрина	6,18	6,07	6,22	6,13
Анализ с мокрым просеиванием (удерживание на тестовом сите 75 мкм)	0,02	0,1	0,002	0,003
Кол-во переворачиваний	13	13	12	11
Суспензируемость	97	95	94	93
Доступность бифентрина	5,99	5,77	5,85	5,71

Как видно из табл. 2, разложение активного ацефата и активного бифентрина в композиции DF не наблюдалось после хранения при (54±2)°C в течение 14 дней. Существенных изменений в суспензируемости состава не наблюдалось, и было обнаружено, что составы в соответствии с настоящим изобретением стабильны с точки зрения физико-химических параметров. Это означает, что DF или гранулированная композиция ацефата и бифентрина, полученная таким образом, обладает не только отличной стабильностью активных ингредиентов, но и сохраняет диспергируемость и, следовательно, доступность активных ингредиентов для предполагаемого применения. В результате анализа мокрым просеиванием было дополнительно установлено предотвращение изменения кристаллов бифентрина. С помощью комбинации активных веществ и вспомогательных веществ, полученной в соответствии со способом, описанным в настоящем изобретении, можно получать стабильную композицию DF, которая не подвергается каким-либо химическим и физическим изменениям при хранении, и также проста в обращении при дальнейшем использовании.

Для сравнения приготовили сравнительный образец (пример 12) без добавки настоящего изобретения. Образец тестировали на диспергируемость, отслеживая количество переворачиваний, необходимых для достижения полной дисперсии.

Ингредиенты	Пример 12
Ацефат	76,02
Бифентрин	6,33
ПЭГ-6000	0,00
Диоксид кремния PPT	1,00
Этоксилат касторового масла	0,00
Sorghog-4D384	-
Соль диалкилнафталинсульфонат натрия	2,00
Metasperse 550S	3,00
Сульфат аммония	11,65
Кол-во переворачиваний	> 30
Анализ с мокрым просеиванием (удерживание на тестовом сите 75 мкм)	3,52% масс./масс.
Суспензируемость	45,8% масс./масс. (по бифентрину)
Доступность бифентрина	45,8% общего количества активного вещества

Было отмечено, что образец (пример 12), приготовленный без добавки, имеющей температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления, не может обеспечивать хорошую дисперсию. Таким образом, не удалось обеспечить требуемую диспергируемость состава, и полученный в результате состав был нестабильным.

Испытание доступности бифентрина для инсектицидной активности.

Составы DF, приготовленные в соответствии с настоящим изобретением, были дополнительно исследованы для определения количества доступного бифентрина для обеспечения инсектицидного действия. Суспензируемость состава можно напрямую экстраполировать на активный ингредиент, все еще доступный для предполагаемого применения активного ингредиента. Составы, полученные в соответствии с настоящим изобретением, тестировали на суспензируемость, сравнивая с составами, полученными без использования добавок. Образцы получали в соответствии с примером 1, выдерживали при температуре $(54 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 14 дней и измеряли суспензируемость.

Изучение представленной ниже табл. 3 показывает, что для примеров 15-17, полученных в соответствии с настоящим изобретением, измеренная суспензируемость была неожиданно высокой, что, очевидно, указывает на возможность эффективного применения состава для предполагаемой инсектицидной активности. Достигнутый % доступности бифентрина был таким же, как у исходной концентрации бифентрина в составе. В примерах 13-14, которые были приготовлены без добавки, измеренная суспензируемость была очень низкой, указывая на то, что доступный бифентрин составлял всего около 50% от ожидаемого значения для этих составов.

Таблица 3
Доступность бифентрина в составах

Примеры	Ацефат (г)	Бифентрин (г)	Добавка* (г)	Суспензируемость бифентрина	Доступность бифентрина (г)
Пример 13	76,0	6,6	0,0	58	3,83
Пример 14	76,0	6,6	0,0	52	3,43
Пример 15	76,0	6,6	1,5	95	6,27
Пример 16	76,0	6,5	12,0	96	6,24
Пример 17	78,0	5,5	2,5	94	5,17

* добавка выбрана из ПЭГ-6000, ПЭГ-4000 и ПЭГ-8000.

Таким образом, авторы настоящего изобретения успешно получили состав с активным ингредиентом с низкой температурой плавления, подверженным изменению морфологии, в сочетании с влагочувствительным агрохимическим веществом. Было обнаружено, что композиции в соответствии с настоящим изобретением стабильны, а также эффективны для предполагаемого применения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Стабильная агрохимическая композиция, содержащая:

а) по меньшей мере один активный ингредиент с низкой температурой плавления, при этом указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления выбран из пиретроидных инсектицидов и стробилуриновых фунгицидов;

б) по меньшей мере один влагочувствительный активный ингредиент, при этом указанный влагочувствительный активный ингредиент выбран из группы, состоящей из ацефата, азинофосметила, карбофурана, хлорпирифоса, кумафоса, круфомата, диметоата, этопропа, фамфура, фенамифоса, изофенфоса, метамидофоса, метидатиона, метилпаратиона, мевинфоса, монокротофоса, метамнатрия, фосалона, фосмета, фосфамидона, профенофоса, тетраэтилпирофосфата (ТЕРР), тербуфоса, тетрахлорвинфоса, трихлорфона и их комбинаций; и

с) добавку, причем указанная добавка отличается тем, что имеет температуру размягчения или температуру плавления ниже температуры плавления указанного активного ингредиента с низкой температурой плавления, и при этом указанная добавка выбрана из группы, содержащей полиэтиленгликоль (ПЭГ) 6000, ПЭГ-4000 и ПЭГ-8000.

2. Агрохимическая композиция по п.1, в которой указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления выбран из группы, состоящей из бифентрина, циперметрина, фенвалерата, перметрина, альфа-циперметрина, бета-циперметрина, зета-циперметрина, дельтаметрина, цифлутрина, лямбда-цигалотрина и биоресметрина, а также их смесей.

3. Агрохимическая композиция по п.1, в которой указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления представляет собой бифентрин.

4. Агрохимическая композиция по п.1, в которой указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления представляет собой трифлуксистробин.

5. Агрохимическая композиция по п.1, причем указанная композиция содержит от 0,1% мас./мас. до 30% мас./мас. активного ингредиента с низкой температурой плавления от общей массы агрохимической композиции.

6. Агрохимическая композиция по п.1, в которой указанный влагочувствительный активный ингредиент представляет собой ацефат.

7. Агрохимическая композиция по п.1, причем указанная композиция содержит от 0,5% мас./мас. до 95% мас./мас. влагочувствительного активного ингредиента от общей массы агрохимической композиции.

8. Агрохимическая композиция по п.1, причем состав указанной композиции имеет форму сухого текучего состава (DF).

9. Способ получения стабильной агрохимической композиции по любому из пп.1-8, причем указанный способ включает:

(а) смешивание активного ингредиента с осажденным диоксидом кремния с получением премикса;

(б) измельчение премикса в воздушноструйной мельнице для получения измельченного активного ингредиента с низкой температурой плавления в виде частиц желаемого размера;

(с) добавление к измельченному активному ингредиенту влагочувствительного активного ингредиента и добавки, причем указанная добавка имеет температуру размягчения или температуру плавления

ниже температуры плавления активного ингредиента с низкой температурой плавления, и перемешивание с получением премикса;

(d) обработку премикса путем гранулирования с прессованием для получения гранул, при этом указанный активный ингредиент с низкой температурой плавления выбран из пиретроидных инсектицидов и стробилуриновых фунгицидов.

10. Способ по п.9, в котором указанная обработка премикса гранулированием с прессованием включает в себя обработку премикса по отдельности, последовательно или одновременно путем прессования, а также гранулирования.

