

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **045461**

(13) **B1**

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

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2023.11.28**

(21) Номер заявки  
**202193295**

(22) Дата подачи заявки  
**2020.05.27**

(51) Int. Cl. *A01N 25/10* (2006.01)  
*A01N 43/54* (2006.01)  
*A01P 13/00* (2006.01)

---

(54) **КОМПОЗИЦИИ МИКРОЧАСТИЦ, СОДЕРЖАЩИЕ САФЛУФЕНАЦИЛ**

---

(31) **19179063.3**

(32) **2019.06.07**

(33) **EP**

(43) **2022.04.13**

(86) **PCT/EP2020/064626**

(87) **WO 2020/244978 2020.12.10**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**БАСФ АГРО Б.В. (NL)**

(72) Изобретатель:  
**Штайнбрэннер Ульрих, Штойервальд  
Йёрг, Кламчински Катарине, Лайк  
Вольфганг (DE)**

(74) Представитель:  
**Веселицкий М.Б., Кузенкова Н.В.,  
Каксис Р.А., Белоусов Ю.В., Куликов  
А.В., Кузнецова Е.В., Соколов Р.А.,  
Кузнецова Т.В. (RU)**

(56) **US-A1-2018297001  
US-A1-2018249712**

(57) Настоящее изобретение относится к гербицидной композиции микрочастиц и способу получения такой композиции. Композиция по изобретению содержит сафлуфенацил, который присутствует в виде микрочастиц, которые содержат твердый сафлуфенацил, который окружен аминокластковым полимером или заключен в него, причем указанный аминокластковый полимер представляет собой продукт поликонденсации одного или нескольких аминокластковых соединений и одного или нескольких альдегидов, и дополнительно содержит по меньшей мере одну сульфоновую кислоту А на основе лигнина, причем указанная лигносульфовая кислота А имеет среднюю молярную массу MW, составляющую по меньшей мере 10000 Да, и степень сульфонирования от 1,0 до 2,5 моль на килограмм указанной лигносульфоновой кислоты А, и причем аминокластковый полимер выбирают из группы, состоящей из меламина-формальдегидных смол и мочевино-формальдегидных смол и их смесей. Кроме того, настоящее изобретение относится к применению указанной композиции для борьбы с нежелательной растительностью и соответствующему способу борьбы с нежелательной растительностью.

**B1**

**045461**

**045461**

**B1**

Настоящее изобретение относится к композициям микрочастиц, содержащим сафлуфенацил, к способу их получения и к применению этих композиций микрочастиц для борьбы с нежелательной растительностью.

Сафлуфенацил является международным непатентованным названием МНН гербицидно активного фенилурацильного соединения 2-хлор-5-[3,6-дигидро-3-метил-2,6-диоксо-4-(трифторметил)-1-(2Н)пиримидинил]-4-фтор-N-[[метил(1-метилэтил)амино]сульфонил]бензамид.

Сафлуфенацил впервые был описан в WO 01/083459.

Сафлуфенацил является высокоактивным гербицидом, который эффективно подавляет рост нежелательной растительности при низких нормах внесения. К сожалению, его селективность не всегда является удовлетворительной, и его применение среди сельскохозяйственных культур несколько ограничено. Более того, сафлуфенацил не обладает достаточной остаточной активностью, и поэтому может происходить повторный рост вскоре после его применения.

Гербициды, такие как сафлуфенацил, обычно применяют в виде разбавленных водных растворов для опрыскивания, которые получают посредством разбавления концентрированной препаративной формы гербицида водой. Для этой цели пестицидные соединения могут составлять в твердых формах, таких как смачивающиеся порошки (WP) и диспергируемые в воде гранулы (WG), а также в жидких формах, таких как эмульсии, концентраты эмульсий (EC), суспензии (SE) или концентраты суспензии (SC). Для эффективного инкапсулирования, особенно важно, чтобы препаративные формы могли легко разбавляться водой, и такой раствор оставался стабильным на протяжении определенного времени без выделения действующего вещества, поскольку это может вызвать засорение форсунок для распыления. С точки зрения защиты окружающей среды является предпочтительным, чтобы препаративная форма не содержала больших количеств органических растворителей, что, как правило, благоприятствует твердым препаративным формам и водным препаративным формам SC.

Несмотря на упомянутые выше преимущества, связанные с использованием SC, существует ряд проблем, известных специалисту в данной области, с которыми иногда сталкиваются в случае SC, в результате выпадения осадка во время продолжительного хранения или хранения при повышенных температурах, связанных с устойчивостью осажденных частиц к повторному образованию суспензии и с образованием кристаллического материала при хранении. Как следствие, может быть сложно работать с препаративными формами, и их биологическая эффективность может быть несоответствующей.

При попытке составления препаративной формы сафлуфенацила возникает несколько проблем. Сафлуфенацил несет боковую цепь N-амино-сульфонилкарбоксиамида, который может подвергаться гидролизу при основных значениях pH. Кроме того, сафлуфенацил может существовать в разных кристаллических и некристаллических модификациях, а именно, в аморфных формах, в виде кристаллических гидратов и кристаллического ангидрата, которые могут подвергаться неконтролируемому превращению в другую кристаллическую форму. Это превращение, в свою очередь, может приводить к укрупнению частиц сафлуфенацила, в частности при составлении в виде концентрата суспензии. Указанные факторы могут привести к снижению химической и физической стабильности препаративных форм, эффект, который особенно выражен, когда препаративные формы хранятся на протяжении продолжительных периодов времени и/или при повышенных температурах. Указанные факторы могут также приводить к слабым свойствам разбавления, так как крупные частицы сафлуфенацила имеют тенденцию выделяться из разбавленной препаративной формы.

На данный момент было описаны несколько стабильных водных сельскохозяйственных препаративных форм сафлуфенацила. WO 2011/023759 описывает препаративную форму водного концентрата суспензии, содержащую ангидрат сафлуфенацила и комбинацию определенных анионных и неионных поверхностно-активных веществ. WO 2011/023758 описывает препаративную форму водного концентрата суспензии сафлуфенацила, который дополнительно содержит глифосат в качестве дополнительного гербицида.

Несмотря на то что указанные препаративные формы являются стабильными, они не решают проблем низкой селективности в отношении сельскохозяйственных культур и недостаточной остаточной активности.

В основном известно предоставление пестицидно активных соединений в виде микроинкапсулированных препаративных форм (см. Н. Mollet, А. Grubenmann "Formulation Technology" 1-е изд., Wiley-VCH Verlag GmbH, Вайнхайм 2001, глава 6.4 и глава 14.2.2).

Микроинкапсулирование может быть в основном достигнуто с помощью методов коацервации, сушки распылением, нанесения покрытия в псевдооживленном слое, электростатического микроинкапсулирования или полимеризации на месте.

Указанные методы обеспечивают частицы активного соединения, где активное соединение окружено полимерным материалом стенки.

WO 2017/037210 раскрывает композиции микрочастиц сафлуфенацила.

Хотя микроинкапсулирование может улучшать острую токсичность пестицида или уменьшать разложение, этого часто бывает сложно достичь. В частности, агрегирование частиц пестицида во время или после инкапсулирования является основной проблемой, в случае, если один метод инкапсулирования,

который может работать для конкретного пестицидного соединения, не обязательно будет работать для другого пестицидного соединения. При попытке инкапсулировать твердый материал в водной суспензии твердого материала с помощью метода полимеризации на месте, твердый материал имеет тенденцию к агломерации, в результате чего образуются большие частицы частиц действующего вещества, которые заключены в полимерную матрицу. Полученная таким образом суспензия обычно больше не является подходящей для сельскохозяйственного применения. Таким образом, было невозможно эффективно инкапсулировать твердые частицы пестицида с помощью применения небольших количеств инкапсулирующего полимера.

Одной из задач в отношении известных препаративных форм сафлуфенацила является повышение смешиваемости с другими пестицидами.

#### **Краткое описание изобретения**

Задачей настоящего изобретения является обеспечение препаративной формы сафлуфенацила, которая может смешиваться с широким спектром других пестицидов, в частности с другими партнерами баковой смеси, которые обычно комбинируются с сафлуфенацилом, такими как глифосат, глюфосинат, дикамба и т.д. Более того, она должна демонстрировать как высокую физическую стабильность, так и высокую химическую устойчивость на протяжении продолжительных сроков хранения, сохраняя при этом свою биологическую эффективность. Более того, она также должна быть смешиваемой с партнерами баковой смеси, которые обычно комбинируются с сафлуфенацилом. При разбавлении водой, препаративная форма должна давать стабильный водный состав сафлуфенацила без образования крупнозернистого материала или надосадочной жидкости.

Неожиданно было обнаружено, что поставленная задача может быть достигнута с помощью композиций микрочастиц твердого сафлуфенацила, в которых твердый сафлуфенацил окружен аминокластическим полимером или заключен в него и которые при этом дополнительно содержат по меньшей мере одну сульфоновую кислоту А на основе лигнина, такую как лигносульфоновая кислота, этоксилированная лигносульфоновая кислота или окисленные лигнины, при этом указанная лигносульфоновая кислота А имеет среднюю молярную массу MW, составляющую по меньшей мере 10000 Да.

В композициях микрочастиц в соответствии с настоящим изобретением, сафлуфенацил является менее склонным к разложению. Таким образом, композиции микрочастиц в соответствии с настоящим изобретением обеспечивают как высокую физическую стабильность, так и высокую химическую устойчивость на протяжении продолжительных сроков хранения, сохраняя при этом биологическую эффективность сафлуфенацила. Более того, композиции микрочастиц в соответствии с настоящим изобретением могут легко составляться. Более того, композиции микрочастиц в соответствии с настоящим изобретением в виде водных суспензий обеспечивают улучшенную смешиваемость компонентов баковой смеси, и поэтому баковая смесь с другими препаративными формами пестицидов может быть легко приготовлена, и при этом они не взаимодействуют с другими препаративными формами, неблагоприятно воздействуя на их стабильность при разбавлении.

Также было неожиданно обнаружено, что твердый сафлуфенацил может быть эффективно микроинкапсулирован с помощью применения аминокластических прекоденсатов и осуществляя способ, описанный далее. Следовательно, второй аспект настоящего изобретения относится к способу получения композиций микрочастиц, который описан в этой заявке, при этом указанный способ включает следующие стадии:

- I) обеспечение водной суспензии твердых частиц сафлуфенацила;
- II) добавление к водной суспензии частиц сафлуфенацила аминокластического прекоденсата;
- III) осуществление поликонденсации аминокластического прекоденсата, например, с помощью нагревания водной суспензии стадии II) при значении pH, при котором поликонденсация аминокластического прекоденсата будет происходить при температуре реакции.

Этот способ приводит к получению стабильной водной суспензии, причем сафлуфенацил присутствует в виде микрочастиц, которые содержат твердый сафлуфенацил, который окружен аминокластическим полимером или заключен в него. На основании этого, в случае необходимости, микрочастицы могут быть выделены. Неожиданно, этот способ не приводит к значительной агломерации частиц сафлуфенацила, как это наблюдалось в случае других методов полимеризации на месте.

#### **Подробное описание изобретения**

В композиции микрочастиц в соответствии с изобретением, сафлуфенацил присутствует в виде микрочастиц, которые содержат твердый сафлуфенацил в качестве материала ядра, при этом указанная композиция дополнительно содержит по меньшей мере одну сульфоновую кислоту А на основе лигнина, такую как лигносульфоновая кислота, этоксилированная лигносульфоновая кислота или окисленные лигнины, при этом указанная лигносульфоновая кислота А имеет среднюю молярную массу MW, составляющую по меньшей мере 10000 Да. В микрочастицах твердый сафлуфенацил образует материал ядра, который окружен по меньшей мере одним аминокластическим полимером или заключен в него. В этом контексте, следует понимать, что аминокластические полимеры могут образовывать оболочку правильной или неправильной формы, которая окружает или заключает в себе материал ядра. Микрочастицы могут иметь одно твердое ядро, образованное сафлуфенацилом, и оболочку или матрицу, образован-

ную аминопластовым полимером. Конечно, микрочастицы также могут иметь "доменную структуру", которая включает в себя определенное количество твердых частиц сафлуфенацила, например, 3-1000 или 10-500, аморфного или кристаллического сафлуфенацила, который заключен в аминопластовый полимер.

При этом нет необходимости в том, чтобы аминопластовый полимер образовывал полностью закрытую оболочку.

Однако часто оболочка будет полностью окружать материал ядра, подобно защитному слою, в результате чего образуется барьер между материалом ядра и окружающим материалом.

Аминопластовые полимеры, которые также называют аминосолами, амино-конденсационными смолами или амидосолами, представляют собой продукты поликонденсации одного или нескольких альдегидов, таких как формальдегид, ацетальдегид, пропаналь, глиоксаль или глутаральдегид, с одним или несколькими аминосоединениями, которые обычно имеют по меньшей мере две первичные аминогруппы, такие как мочевины, тиомочевины, меламин, которые могут быть полностью или частично этерифицированы, цианогуанидин (= дициандиамид) и бензогуанидин. Примеры аминопластовых полимеров представляют собой поликонденсаты меламина и формальдегида (меламино-формальдегидные смолы или MF смолы), включая смолы, полученные из полностью или частично этерифицированных конденсатов меламина и формальдегида, мочевино-формальдегидные смолы (UF смолы), тиомочевино-формальдегидные смолы (TUF смолы), поликонденсаты меламина, мочевины и формальдегида (MUF смолы), включая смолы, полученные из полностью или частично этерифицированных конденсатов меламина, мочевины и формальдегида, поликонденсаты меламина, тиомочевины и формальдегида (MTUF смолы), включая смолы, полученные из полностью или частично этерифицированных конденсатов меламина, тиомочевины и формальдегида, мочевино-глутаральдегидные смолы, поликонденсаты бензогуанидина и формальдегида, поликонденсаты дициандиамида и формальдегида и поликонденсаты мочевины и глиоксаля. Подходящие аминопластовые полимеры для микроинкапсулирования известны, и их можно найти, в числе прочего, в Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3-е издание, т. 2, стр. 440-469, в предшествующем уровне техники, цитируемом во вступительной части US 4918317, EP 26914, EP 218887, EP 319337, EP 383337, EP 415273, DE 19833347, DE 19835114 и WO 01/51197. В UF и TUF смолах, молярные соотношения мочевины или тиомочевины к формальдегиду, как правило, находятся в диапазоне от 1:0,8 до 1:4, в частности от 1:1,5 до 1:4, в частности от 1:2 до 1:3,5. В случае, если вместо формальдегида применяют глутаральдегид, то молярные соотношения мочевины или тиомочевины к глутаральдегиду, в частности, могут находиться в диапазоне от 1:1,2 до 1:3, в частности, в диапазоне от 1:1,5 до 1:2,5.

В MF и MUF смолах молярные соотношения меламина к формальдегиду, как правило, находятся в диапазоне от 1:1,5 до 1:10, в частности, от 1:3 до 1:8, предпочтительно от 1:4 до 1:6.

В MUF и MTUF смолах молярные соотношения меламина + мочевины или тиомочевины к формальдегиду, как правило, находятся в диапазоне от 1:0,8 до 1:9, в частности от 1:2 до 1:8; предпочтительно от 1:3 до 1:6. Молярное соотношение мочевины или тиомочевины к меламину может находиться в диапазоне от 50:1 до 1:100 и, в частности, от 30:1 до 1:30.

Во время получения упомянутых выше аминопластовых смол прекоденсаты могут применяться в виде этерифицированных прекоденсатов аминосоединения и альдегида. В указанных этерифицированных прекоденсатах метилольные группы образованы в результате реакции аминогрупп с формальдегидом с алканолом или алкандиолом, в частности с C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алканолом, таким как метанол, этанол, n-пропанол или n-бутанол, в частности с метанолом, или C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-алкандиолом, таким как этиленгликоль. Степень этерификации этих смол может регулироваться молярным соотношением аминогрупп к алканолу, которое обычно находится в диапазоне от 10:1 до 1:10, предпочтительно в диапазоне от 2:1 до 1:5.

Аминопластовый полимерный материал, который окружает или заключает в себе твердый сафлуфенацил, наиболее предпочтительно выбирают из группы, состоящей из меламино-формальдегидных смол, включая меламино-формальдегидные смолы, полученные из полностью или частично этерифицированных конденсатов меламина и формальдегида, а также мочевино-формальдегидных смол и их смесей. В частности, аминопластовый полимерный материал, который окружает или заключает в себе твердый сафлуфенацил, представляет собой меламино-формальдегидную смолу, в частности меламино-формальдегидную смолу, которая получена из полностью или частично этерифицированных конденсатов меламина и формальдегида, которые могут содержать небольшое количество мочевины, например 1-20 мол.%, из расчета меламина.

В композициях микрочастиц в соответствии с изобретением, количество аминопластового полимерного материала, который окружает или заключает в себе твердый сафлуфенацил, как правило, не будет превышать количество сафлуфенацила, содержащегося в композиции, и предпочтительно составляет не более чем 40 мас.%, в частности не более чем 35 мас.% и, в частности не более чем 30 мас.% или не более чем 25 мас.%, из расчета общего количества сафлуфенацила и аминопластовых полимеров. Количество аминопластового полимерного материала, который окружает или заключает в себе твердый сафлуфенацил, предпочтительно составляет от 0,5 до 40 мас.%, в частности от 1 до 35 мас.% и, в частности, от 5 до 25 мас.% из расчета общей массы капсул, то есть, из расчета общего количества сафлуфенацила и аминопластовых полимеров. Полимерный материал композиции микрочастиц в соответствии с изобре-

тением, который окружает или включает в себе твердый сафлуфенацил, может содержать дополнительные нерастворимые в воде полимеры. Однако количество таких полимеров, как правило, не будет превышать 20% от общего количества инкапсулирующего полимерного материала, и предпочтительно не будет превышать 10 мас.% общего количества полимерного материала, который окружает или включает в себе твердый сафлуфенацил.

Твердый сафлуфенацил, который окружен по меньшей мере одним аминопластовым полимером или заключен в него, может представлять собой любую известную форму твердого сафлуфенацила, включая аморфный сафлуфенацил и, в частности, кристаллический сафлуфенацил, например, кристаллический ангидрат сафлуфенацила, который описан в WO 08/043835, или кристаллический гидрат сафлуфенацила, который описан в WO 08/043836.

В дополнение к твердому сафлуфенацилу, материал ядра микрочастиц может содержать масло, например, углеводородный растворитель, такой как ароматический, парафиновый или изопарафиновый углеводород, предпочтительно имеющий точку кипения выше 100°C, растительное масло, такое как кукурузное масло, рапсовое масло, или сложный эфир жирной кислоты, такой как C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-алкилэфир C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-жирной кислоты, в частности сложные метиловые или этиловые эфиры растительных масел, такие как сложный метиловый эфир рапсового масла или сложный метиловый эфир кукурузного масла. В определенном варианте осуществления, материал ядра не содержит масла, которое определено в этой заявке, или содержание масла составляет менее 10 мас.% из расчета массы материала ядра. В частности, ядро не содержит масла.

В дополнение к твердому сафлуфенацилу, материал ядра микрочастиц может дополнительно содержать дополнительное пестицидное соединение, в частности гербицидное соединение или антидот, предпочтительно имеющий пониженную растворимость в воде, которая, как правило, не превышает 10 г/л, в частности, 5 г/л или даже 1 г/л при температуре 25°C (деионизированная вода). В частности, твердый сафлуфенацил составляет по меньшей мере 80%, в частности по меньшей мере 90% пестицидов, содержащихся в микрочастицах.

Микрочастицы в соответствии с настоящим изобретением представляют собой дискретные частицы, которые обычно имеют размер частицы, составляющий менее 50 мкм. Предпочтительно, размер частицы микрочастиц, то есть их диаметр, как правило, не будет превышать 40 мкм, предпочтительно не будет превышать 35 мкм и, в частности, не будет превышать 30 мкм. Представленный размер частицы представляет собой так называемое значение d<sub>90</sub>, которое следует понимать как значение, которое не превышает диаметры по меньшей мере 90 мас.% микрочастиц. Микрочастицы имеют средний диаметр частиц, который в этой заявке также называют значением d<sub>50</sub>, находящийся в диапазоне от 1 до 25 мкм, в частности от 1,5 до 20 мкм, в частности от 2 до 10 мкм. Значение d<sub>50</sub> определяется как значение, которое выше диаметров 50 мас.% частиц и ниже диаметров 50 мас.% частиц. Значение d<sub>90</sub>, а также значение d<sub>50</sub> может быть вычислено на основании распределения частиц микрочастиц по размерам. Как правило, значение частиц d<sub>10</sub>, то есть значение диаметров, которые превышают по меньшей мере 10 мас.% микрочастиц, по меньшей мере будет составлять 0,5 мкм и, например, может находиться в диапазоне от 0,5 мкм до 10 мкм, в частности от 1 до 5 мкм. Распределение частиц микрочастиц по размерам (то есть диаметрам) может определяться с помощью традиционных методов, таких как динамическое или статическое рассеяние света водной дисперсии композиции микрочастиц, например, при температуре 25°C и концентрации, находящейся в диапазоне от 0,1 до 1 мас.%.

Композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно анионное полимерное поверхностно-активное вещество A1, которое далее также называют анионным полимерным поверхностно-активным веществом A1 или полимерным поверхностно-активным веществом A1, при этом указанное по меньшей мере одно анионное полимерное поверхностно-активное вещество A1 представляет собой сульфоновую кислоту A на основе лигнина, причем указанная сульфоновая кислота A1 на основе лигнина имеет среднюю молярную массу MW, составляющую по меньшей мере 10000 Да. Предпочтительно, указанная сульфоновая кислота A1 на основе лигнина имеет среднюю молярную массу MW, составляющую 10000-100000 Да.

Предпочтительно, указанная сульфоновая кислота A1 на основе лигнина имеет степень сульфонирования от 1,0 до 2,5 моль на килограмм указанной лигносульфоновой кислоты.

Среднюю молярную массу MW указанной сульфоновой кислоты на основе лигнина, которую применяют в этой заявке, определяют с помощью гель-проникающей хроматографии в соответствии со стандартом DIN 55672-3.

Степень сульфонирования указанной сульфоновой кислоты на основе лигнина, которую применяют в этой заявке, рассчитывается на основании содержания серы указанной сульфоновой кислоты на основе лигнина, которое определяют с помощью атомной эмиссионной спектроскопии, из которого вычитается содержание сульфата (которое определяют в соответствии со стандартом DIN 38405-D5-2).

Предпочтительные сульфоновые кислоты A1 на основе лигнина, представляют собой лигносульфоновую кислоту, этоксилированную лигносульфоновую кислоту или окисленные лигнины.

Предпочтительные сульфоновые кислоты A1 на основе лигнина представляют собой лигносульфо-

новую кислоту, этоксилированную лигносульфовую кислоту или окисленные лигнины.

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно анионное полимерное поверхностно-активное вещество А2, при этом поверхностно-активное вещество А2 представляет собой гомо- или сополимеры моноэтиленненасыщенных мономеров М1, которые имеют группу сульфоновой кислоты, необязательно с одним или несколькими сомономерами М2, которые отличаются от мономеров М1.

Анионные группы в указанных анионных полимерных поверхностно-активных веществах могут быть частично или полностью нейтрализованы. Подходящие противоионы представляют собой ионы щелочных металлов, таких как натрий, калий, ионы щелочноземельных металлов, таких как магний или кальций, и аммоний. В случае анионных полимерных поверхностно-активных веществ, которые имеют сульфонатную группу, анионные группы предпочтительно, по меньшей мере частично, нейтрализованы.

Предпочтительно, полимерное поверхностно-активное вещество А2 выбирают из гомо- и сополимеров, полученных из:

I) по меньшей мере одного моноэтиленненасыщенного мономера М1, имеющего группу сульфоновой кислоты, такой как винилсульфовая кислота, аллилсульфовая кислота, стиролсульфовая кислота, винилтолуолсульфовая кислота, (мет)акрилатных мономеров, имеющих группу сульфоновой кислоты, такой как 2-акрилоксиэтилсульфовая кислота, 2-акрилоксипропилсульфовая или 4-акрилоксибутилсульфовая кислота, и (мет)акриламидного мономера, имеющего группу сульфоновой кислоты, такой как 2-акриламидоэтилсульфовая кислота, 2-акриламидопропилсульфовая кислота или 2-акриламидо-2-метилпропансульфовая кислота;

II) и необязательно одного или нескольких моноэтиленненасыщенных сомономеров М2, которые отличаются от мономеров М1, таких как стирол, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилакрилаты, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилметакрилаты, акриламид, метакриламид, акриловая кислота, метакриловая кислота, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилакрилаты, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилметакрилаты.

В одном варианте осуществления, полимерное поверхностно-активное вещество А2 выбирают из гомо- и сополимеров, полученных из:

I) мономеров М1, которые выбирают из (мет)акрилатных мономеров, имеющих группу сульфоновой кислоты, такой как 2-акрилоксиэтилсульфовая кислота, 2-акрилоксипропилсульфовая или 4-акрилоксибутилсульфовая кислота, и (мет)акриламидного мономера, имеющего группу сульфоновой кислоты, такой как 2-акриламидоэтилсульфовая кислота, 2-акриламидопропилсульфовая кислота или 2-акриламидо-2-метилпропансульфовая кислота;

II) и необязательно одного или нескольких моноэтиленненасыщенных сомономеров М2, которые отличаются от мономеров М1, таких как стирол, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилакрилаты, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилметакрилаты, акриламид, метакриламид, акриловая кислота, метакриловая кислота, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилакрилаты, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилметакрилаты.

В частности, полимерное поверхностно-активное вещество А2 содержит или его выбирают из гомо- и сополимеров:

I) мономеров М1, которые представляют собой 2-акриламидо-2-метилпропансульфовую кислоту;

II) и необязательно одного или нескольких моноэтиленненасыщенных сомономеров М2, которые отличаются от мономеров М1, таких как стирол, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилакрилаты, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилметакрилаты, акриламид, метакриламид, акриловая кислота, метакриловая кислота, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилакрилаты, С<sub>1</sub>-С<sub>4</sub>-алкилметакрилаты.

В указанных предпочтительных, особо предпочтительных или особенно предпочтительных полимерных поверхностно-активных веществах А.2 количество мономеров М1 предпочтительно составляет по меньшей мере 50 мас.%, из расчета общего количества мономеров, образующих полимерное поверхностно-активное вещество. Даже более предпочтительными являются полимерные поверхностно-активные вещества А, которые представляют собой гомо- или сополимеры мономеров М1, при этом количество мономеров М1 составляет по меньшей мере 90 мас.%, из расчета общего количества мономеров, образующих полимерное поверхностно-активное вещество. Указанные полимеры известны, например, в качестве доступных на рынке под торговыми наименованиями Lupasol S и Lupasol PA 140.

В другой определенной группе вариантов осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат поверхностно-активные вещества группы А3, при этом полимерные поверхностно-активные вещества А3 представляют собой конденсаты арилсульфоновой кислоты и формальдегида, а также конденсаты арилсульфоновой кислоты, формальдегида и мочевины, в частности конденсаты нафталинсульфоновой кислоты и формальдегида.

Примеры полимерных поверхностно-активных веществ А3 включают конденсаты арилсульфоновой кислоты и формальдегида, а также конденсаты арилсульфоновой кислоты, формальдегида и мочевины, такие как конденсаты нафталинсульфоновой кислоты и формальдегида, конденсаты фенолсульфоновой кислоты и формальдегида, конденсаты крезолсульфоновой кислоты и формальдегида и т.д.;

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1 и не содержат поверхностно-активного вещества А2 или А3.

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А2, и не содержат поверхностно-активного вещества А3.

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А3, и не содержат поверхностно-активного вещества А2.

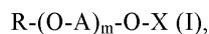
В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А2 и по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А3.

Количество анионных полимерных поверхностно-активных веществ А1 - А3 в композиции предпочтительно составляет от 0,1 до 50 мас.%, в частности от 2 до 40 мас.% и наиболее предпочтительно от 3 до 30 мас.% из расчета общего количества сафлуфенацила и аминопластового полимера.

Полимерные поверхностно-активные вещества А1 - А3 в этой заявке также называют полимерными поверхностно-активными веществами А.

Было обнаружено предпочтительным, когда полимерные поверхностно-активные вещества А1 - А3 комбинируют с одним или несколькими дополнительными анионными поверхностно-активными веществами В, которые отличаются от них, которые при этом обеспечивают стабилизацию водной дисперсионной формы, содержащей микрочастицы. Подходящие анионные поверхностно-активные соединения В представляют собой поверхностно-активные вещества, которые имеют одну анионную группу, которую выбирают из фосфатных или фосфонатных групп и сульфатных или сульфонатных групп, при этом последние соединения являются предпочтительными. Указанные поверхностно-активные вещества В обычно будут включаться в композицию микрочастиц в виде их солей, в частности солей натрия, калия или аммония.

Примеры анионных поверхностно-активных веществ В включают соли алкилсульфонатов, алкилсульфата, алкилфосфатов, сложных полуэфиров алкоксилированных алканолов с серной кислотой или фосфорной кислотой, алкиларилсульфонатов, алкиларилфосфатов, сложных полуэфиров алкоксилированных алкилфенолов с серной кислотой или фосфорной кислотой и сложных полуэфиров алкоксилированных моно-, ди- или тристирилфенолов с серной кислотой или фосфорной кислотой. Среди указанных анионных поверхностно-активных веществ В, предпочтительными являются анионные поверхностно-активные вещества формулы (I)



где R представляет собой углеводородный радикал, имеющий от 8 до 40 атомов углерода и предпочтительно от 12 до 30 атомов углерода, и необязательно один атом кислорода;

A независимо друг от друга представляет собой 1,2-этилен, 1,2-пропилен или 1,3-пропилен, в частности 1,2-этилен;

m представляет собой от 0 до 50, предпочтительно от 0 до 30, и особенно предпочтительно от 0 до 20; и

X представляет собой  $SO_3M$  или  $PO_3M_2$ , при этом M выбирают из H, ионов щелочных металлов, таких как K и Na, ионов щелочноземельных металлов, таких как  $1/2$  Ca и  $1/2$  Mg и аммоний.

Предпочтительно, M представляет собой ион щелочного металла и, в частности, натрия.

Примеры подходящих углеводородных радикалов R, имеющих от 8 до 40 атомов углерода, представляют собой алкил, имеющий от 8 до 40 и предпочтительно от 12 до 30 атомов углерода, фенил, который может быть замещен одним или двумя алкильными радикалами, имеющими от 4 до 20 атомов углерода, фенил, который замещен фенокси-радикалом, при этом фенил и/или фенокси могут содержать алкильный радикал, имеющий от 4 до 20 атомов углерода, тристирилфениловый радикал и т.д. В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения, радикал R в формуле I представляет собой тристирилфениловый радикал.

Предпочтение отдают анионным поверхностно-активным веществам В, которые представляют собой анионные поверхностно-активные вещества формулы (I), при этом R, m и X имеют следующие значения:

R представляет собой алкил, имеющий от 8 до 30, в частности от 10 до 20 атомов углерода,

m представляет собой 0,

X представляет собой  $SO_3M$ , при этом m выбирают из ионов щелочных металлов, таких как K и Na, ионов щелочноземельных металлов, таких как  $1/2$  Ca и  $1/2$  Mg и аммоний. Предпочтительно, M представляет собой щелочной металл и, в частности, натрий.

Особенно предпочтительно, дополнительное анионное поверхностно-активное вещество В представляет собой алкилсульфат, такой как лаурилсульфат, в частности лаурилсульфат натрия.

В данном случае, количество анионного поверхностно-активного вещества В, в частности, поверхностно-активного соединения формулы (I), предпочтительно составляет от 0,1 до 10 мас.%, в частности от 0,3 до 7 мас.%, и наиболее предпочтительно от 0,5 до 5 мас.%, из расчета общего количества сафлуфенацила и аминопластового полимера. В данном случае, количество анионного поверхностно-активного вещества В, в частности поверхностно-активного соединения формулы (I), предпочтительно

выбирают таким образом, что соотношение массы анионного полимерного поверхностно-активного вещества А к массе анионного поверхностно-активного вещества В составляет от 1:1 до 20:1, в частности от 2:1 до 10:1.

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1 и не содержат поверхностно-активного вещества А2 или А3, и анионное поверхностно-активное вещество В представляет собой лаурилсульфат натрия.

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А2 и не содержат поверхностно-активного вещества А3, и анионное поверхностно-активное вещество В представляет собой лаурилсульфат натрия.

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А2, и не содержат поверхностно-активного вещества А3, и анионное поверхностно-активное вещество В представляет собой лаурилсульфат натрия.

В одном варианте осуществления, композиции микрочастиц в соответствии с изобретением содержат по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А1, по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А2 и по меньшей мере одно поверхностно-активное вещество А3, и анионное поверхностно-активное вещество В представляет собой лаурилсульфат натрия.

Композиции в соответствии с изобретением также могут содержать неионное поверхностно-активное соединение (неионное поверхностно-активное вещество). Предпочтительные неионные поверхностно-активные вещества включают нейтральные поверхностно-активные соединения формулы (II)

$$R'-(O-B)_n-OH \text{ (II)}$$

где R' представляет собой углеводородный радикал, имеющий от 8 до 40 и более предпочтительно от 12 до 30 атомов углерода, и необязательно один атом кислорода,

В представляет собой C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-алкан-1,2-диол, такой как 1,2-этилен, 1,2-пропилен или 1,2-бутилен или их комбинацию, и более предпочтительно 1,2-этилен или их комбинацию с 1,2-пропиленом, и

n представляет собой от 3 до 100, предпочтительно от 4 до 50 и более предпочтительно от 5 до 40.

Предпочтительные неионные поверхностно-активные вещества включают блок-сополимеры этиленоксида (ЭО) и пропиленоксида (ПО). Такие блок-сополимеры могут, например, иметь структуру R-(ЭО)<sub>x</sub>-(ПО)<sub>y</sub>-(ЭО)<sub>z</sub>, при этом R представляет собой H или остаток C<sub>4</sub>-C<sub>30</sub> алкила, и x, y, z независимо представляют собой числа от 2 до 100.

Примеры подходящих углеводородных радикалов R' включают радикалы, упомянутые для R. В предпочтительном варианте осуществления изобретения, радикал R' представляет собой фенильный радикал, замещенный одной C<sub>4</sub>-C<sub>18</sub>-алкильной группой.

В данном случае, количество неионного поверхностно-активного вещества, в частности, поверхностно-активного соединения формулы (II), предпочтительно составляет от 1 до 150 г/л, в частности от 2 до 60 г/л в полученной препаративной форме. В одном определенном варианте осуществления изобретения, композиция не содержит неионного поверхностно-активного вещества, или содержит неионное поверхностно-активное вещество в количестве, составляющем менее 1 мас.%, в частности менее 0,5 мас.%, из расчета общего количества сафлуфенацила и аминопластового полимера.

В определенных группах вариантов осуществления, композиция микрочастиц представлена в виде водной суспензии. Такая суспензия содержит микрочастицы твердого сафлуфенацила в качестве дисперсной фазы, и водную среду в качестве дисперсионной среды.

Водная суспензия может быть получена с помощью способа получения композиции микрочастиц, который описан в этой заявке. Она также может быть получена с помощью повторного диспергирования в водной среде твердой композиции микрочастиц, которая описана в этой заявке.

Термин "водная среда" обозначает жидкую фазу композиции и содержит растворитель на основе воды и, необязательно, соединения, которые растворены в нем, например поверхностно-активные вещества, которые упомянуты выше, и в данном случае, обычно одну или несколько традиционных добавок для препаративных форм, таких как загустители или биоциды. Растворитель на основе воды в водной суспензии представляет собой либо воду, либо ее смесь со смешивающимся с водой органическим растворителем, таким как C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алканола, например, метанол, этанол, n-пропанол, изопропанол, n-бутанол, 2-бутанол, изобутанол, или трет-бутиол, C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>-алкандиолы и C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>-алкантриолы, предпочтительно, выбранным из группы, состоящей из этиленгликоля, 1,2-пропандиола, 1,3-пропандиола, глицерола и 1,4-бутандиола. Как правило, количество воды в растворителе на основе воды составляет по меньшей мере 50 мас.%, в частности по меньшей мере 80 мас.% или по меньшей мере 90 мас.%, из расчета растворителя на основе воды. Растворитель на основе воды может в основном состоять из воды, то есть вода составляет по меньшей мере 95 мас.% общего количества растворителя, который присутствует в суспензии. Растворитель на основе воды также может быть смесью упомянутого выше смешивающегося с водой органического растворителя и воды. В последнем случае, соотношение массы воды к массе смешивающегося с водой органического растворителя в растворителе на основе воды предпочтительно находится в

диапазоне от 99:1 до 1:1; более предпочтительно в диапазоне от 50:1 до 3:1; и наиболее предпочтительно в диапазоне от 20:1 до 4:1. Иными словами, количество органического растворителя может составлять от 1 до 50 мас.%, более предпочтительно от 2 до 25 мас.%, и наиболее предпочтительно от 5 до 20 мас.%, из расчета общей массы растворителя на основе воды.

Водная суспензия будет обычно содержать микрочастицы в количестве, составляющем по меньшей мере 5 мас.%, и при этом такое количество может достигать 50 мас.% или даже выше, в каждом случае, из расчета общей массы водной суспензии и в пересчете на общее количество аминопластового полимера и сафлуфенацила. Часто, водная суспензия будет содержать микрочастицы в количестве от 10 до 45 мас.%, в частности от 20 до 40 мас.%, в каждом случае, из расчета общей массы водной суспензии и в пересчете на общее количество аминопластового полимера и сафлуфенацила. Концентрация сафлуфенацила в водной суспензии часто будет находиться в диапазоне от 5 до 40 мас.%, в частности от 15 до 30 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии.

В данном случае, концентрация полимерного анионного поверхностно-активного вещества А в водной суспензии часто будет находиться в диапазоне от 0,1 до 15 мас.%, в частности от 0,2 до 6 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии микрочастиц.

В данном случае, концентрация анионного поверхностно-активного вещества В в водной суспензии часто будет находиться в диапазоне от 0,1 до 15 мас.%, в частности от 0,2 до 6 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии микрочастиц.

Водные композиции в соответствии с изобретением также могут содержать обычные вспомогательные вещества препаративных форм, такие как изменяющие вязкость добавки (загустители), противовспенивающие вещества, консерванты, буферные растворы, неорганические диспергирующие вещества, и т.д., которые обычно применяют в водных препаративных формах гербицидов. Такие вспомогательные вещества могут вводиться в водную суспензию после того, как проводили стадии III) способа получения, описанного в этой заявке. Количество добавок, как правило, не будет превышать 10 мас.%, в частности 5 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии. Подходящие неорганические диспергирующие вещества, которые также называют средствами против слеживания, которые служат для предотвращения слипания микрочастиц, представляют собой диоксид кремния (например, такой как Sipernat® 22 от компании Degussa), оксид алюминия, карбонат кальция и подобные. В контексте настоящего изобретения, предпочтительным неорганическим диспергирующим веществом является диоксид кремния. Концентрация неорганических диспергирующих веществ в полученной суспензии, как правило, не будет превышать 2 мас.%, из расчета общей массы полученной суспензии, и в данном случае предпочтительно находится в диапазоне от 0,01 до 2 мас.%, в частности от 0,02 до 1,5 мас.% и, в частности, от 0,1 до 1 мас.%, из расчета общей массы полученной препаративной формы.

Подходящие загустители представляют собой соединения, которые влияют на текучесть концентрата суспензии, и могут способствовать стабилизации водной суспензии микрочастиц против слеживания. В связи с этим, можно упомянуть, например, доступные на рынке загустители на основе полисахаридов, такие как метилцеллюлоза, карбоксиметилцеллюлоза, гидроксипропилцеллюлоза (сорта Klucel®), ксантановая камедь (например, доступная на рынке в виде сортов Kelzan® от компании Kelco, или в виде сортов Rhodopol® от компании Rhodia), синтетические полимеры, такие как полимеры на основе акриловой кислоты (сорта Carborol®), поливиниловый спирт (например, сорта Mowiol® и Poval® от компании Kugaгау) или поливиниловые пирролоны, кремниевая кислота или филлосиликаты, такие как монторилонит и бентониты, которые могут быть гидрофобизованы (доступные на рынке в виде сортов Attaclay® и сортов Attaflow® от компании BASF SE; или в виде сортов Veegum® и сортов Van Gel® от компании R.T. Vanderbilt). В контексте настоящего изобретения, предпочтительным загустителем является ксантановая камедь. Концентрация загустителей в водной суспензии, как правило, не будет превышать 2 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии, и предпочтительно находится в диапазоне от 0,01 до 2 мас.%, в частности от 0,02 до 1,5 мас.% и, в частности, от 0,1 до 1 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии или полученной препаративной формы, соответственно.

Противовспенивающие вещества, подходящие для композиций в соответствии с изобретением, например, представляют собой силиконовые эмульсии (такие как, например, Silicone SRE-PFL от компании Wacker или Rhodorsil® от компании Bluestar Silicones), полисилоксаны и модифицированные полисилоксаны, в том числе полисилоксановые блок-полимеры, такие как продукты FoamStar® SI и FoamStar® ST от компании BASF SE, длинноцепочечные спирты, жирные кислоты, фторорганические соединения и их смеси.

Подходящие консерванты для предотвращения микробного повреждения композиций в соответствии с изобретением включают формальдегид, сложные алкиловые эфиры п-гидроксибензойной кислоты, бензоат натрия, 2-бром-2-нитропропан-1,3-диол, о-фенилфенол, тиазолиноны, такие как бензизотиазолинон, 5-хлор-2-метил-4-изотиазолинон, пентахлорфенол, 2,4-дихлорбензиловый спирт и их смеси. Доступные на рынке консерванты на основе изотиазолинонов, например, продаются под торговыми марками Proxel® (компания Arch Chemical), Acticide® MBS (компания Thor Chemie) и Kathon® МК (компания Rohm & Haas).

Если необходимо, композиции в соответствии с изобретением, в частности водные суспензии, могут содержать буферные растворы для регулирования уровня pH. Примерами буферных растворов являются соли щелочных металлов слабых неорганических или органических кислот, таких как, например, фосфорная кислота, борная кислота, уксусная кислота, пропионовая кислота, лимонная кислота, фумаровая кислота, винная кислота, щавелевая кислота и янтарная кислота.

Кроме того, композиции в соответствии с изобретением, в частности, водные суспензии, могут состояться с применением традиционных связывающих веществ, например, водных полимерных дисперсий, растворимых в воде смол, например растворимых в воде алкидных смол, или восков.

Композиции в соответствии с изобретением также могут содержать один или несколько адьювантов. Подходящие адьюванты известны специалистам в данной области и включают поверхностно-активные вещества, концентраты растительных масел, адгезивные агенты, смачивающие вещества, и обеспечивающие проникновение вещества. В других особых группах вариантов осуществления, композиция микрочастиц находится в виде твердой композиции. Такая твердая композиция содержит микрочастицы твердого сафлуфенацила, необязательно одно или несколько поверхностно-активных веществ, в частности полимерное поверхностно-активное вещество А и, необязательно, анионное поверхностно-активное вещество В, и необязательно инертный твердый материал носителя.

Твердые композиции, например, могут быть порошками, способными к повторному диспергированию, диспергируемыми в воде гранулами, смачивающимися порошками и подобными.

Твердые носители, например, включают природные минералы, такие как кремнеземы, силикагели, силикаты, тальк, каолин, известняк, известь, мел, железисто-известковая глина, лесс, глина, доломит, диатомит, сульфат кальция, сульфат магния, оксид магния, молотые синтетические материалы, удобрения, такие как сульфат аммония, фосфат аммония, нитрат аммония, мочевины, и продукты растительного происхождения, такие как зерновая мука, мука древесной коры, древесная мука и мука ореховой скорлупы, порошки целлюлозы, или другие твердые носители.

Твердые композиции в соответствии с изобретением также могут содержать обычные вспомогательные вещества препаративной формы, такие как противовспенивающие вещества, консерванты, буферные растворы, неорганические диспергирующие вещества и т.д., которые обычно применяют в твердых препаративных формах гербицидов. Такие вспомогательные вещества могут вводиться в твердую препаративную форму на любой обычной стадии способа ее изготовления. Количество добавок, как правило, не будет превышать 10 мас.%, в частности 5 мас.%, из расчета общей массы твердой композиции.

Твердая композиция может быть получена из водной суспензии, которая сначала образуется в процессе получения композиции микрочастиц, которая описана в этой заявке, посредством удаления из водной суспензии водной фазы. Удаление водной фазы может быть достигнуто либо с помощью отделения водной фазы от твердых микрочастиц, например с помощью центрифугирования или фильтрования. Предпочтительно, водную фазу удаляют с помощью процесса выпаривания, такого как сушка распылением или сушка вымораживанием.

Как указано выше, способ получения композиции содержит первую стадию, на которой обеспечивается водная суспензия частиц сафлуфенацила. С этой целью, твердый сафлуфенацил суспендируют в растворителе на основе воды, в частности в воде. Растворитель на основе воды может содержать одно или несколько поверхностно-активных веществ, в частности по меньшей мере одно полимерное поверхностно-активное вещество А1, которое, как предполагается, действует в качестве защитного коллоида, и необязательно одно или несколько анионных поверхностно-активных веществ В.

Предпочтительно, размер частицы частиц сафлуфенацила в водной суспензии до инкапсулирования составляет менее 45 мкм, в частности он не будет превышать 40 мкм, предпочтительно не будет превышать 30 мкм и, в частности, не будет превышать 25 мкм. Представленный размер частиц является так называемым значением d<sub>90</sub>. Предпочтительно, частицы активного вещества имеют средний диаметр частиц, который в этой заявке также называют значением d<sub>50</sub>, находящийся в диапазоне от 0,5 до 25 мкм, в частности от 1 до 20 мкм, в частности от 1,5 до 15 мкм. Значение d<sub>50</sub> определяется как значение, которое находится выше диаметров 50 мас.% частиц и ниже диаметров 50 мас.% частиц. Значение d<sub>10</sub> предпочтительно составляет по меньшей мере 0,5 мкм и, например, может находиться в диапазоне от 0,5 до 10 мкм, в частности от 1 до 5 мкм. Значение d<sub>90</sub>, а также значение d<sub>50</sub> могут быть вычислены на основании распределения частиц по размерам частиц сафлуфенацила, что можно определить с помощью традиционных методов, таких как динамическое или статическое рассеяние света, при температуре 25°C и концентрации, находящейся в диапазоне от 0,1 до 1 мас.%.

Было обнаружено предпочтительным, когда поликонденсация инициируется или осуществляется в присутствии по меньшей мере одного анионного полимерного поверхностно-активного вещества А2. Полимерное поверхностно-активное вещество А2 часто будет находиться в диапазоне от 0,1 до 10 мас.%, в частности от 1 до 6 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии.

Было обнаружено предпочтительным, когда водная суспензия стадии I) также содержит по меньшей мере одно анионное поверхностно-активное вещество В, в частности анионное поверхностно-активное вещество, которое содержит или которое выбирают из поверхностно-активных веществ формулы (I). В данном случае, концентрация анионного поверхностно-активного вещества В в водной суспен-

зии стадии I) часто будет находиться в диапазоне от 0,01 до 2 мас.%, в частности от 0,1 до 1 мас.%, из расчета общей массы водной суспензии.

Водная суспензия частиц сафлуфенацила может быть обеспечена по аналогии с известными способами получения водной суспензии сафлуфенацила, например, которые описаны в WO 2011/023759.

В одном варианте осуществления, стадия I) включает стадию I.a) и стадию I.б). На стадии I.a) твердый сафлуфенацил, в частности кристаллическую форму сафлуфенацила, например ангидрат сафлуфенацила, или одну из гидратных форм, и растворитель на основе воды и, необязательно, по меньшей мере часть поверхностно-активного вещества смешивают в любом обычном смесительном устройстве, которое при этом способно обеспечить достаточные сдвиговые усилия для образования желаемой суспензии. Подходящие смесительные устройства, в частности, включают смесители с высокими сдвиговыми усилиями, такие как устройство Ultra-Turax, статические смесители, например, системы, оснащенные смесительными форсунками, бисерные мельницы, коллоидные мельницы, конусные мельницы и другие гомогенизаторы. Как правило, последовательность, в которой объединяют отдельные компоненты, не имеет значения. При этом может быть преимущественным проводить стадию I.a), прежде всего, посредством смешивания растворителя на основе воды и по меньшей мере части поверхностно-активного вещества, например, поверхностно-активного вещества группы А и необязательно поверхностно-активного вещества В, до получения однородной смеси, и затем добавления твердого сафлуфенацила со сдвиговым усилием к указанной однородной смеси. Затем смесь, полученную в результате стадии I.a), то есть крупнозернистую суспензию сафлуфенацила в растворителе на основе воды, на стадии I.б) подвергают действию подходящего средства для уменьшения размера присутствующих в смеси частиц сафлуфенацила, как правило, до менее 40 мкм, предпочтительно до менее 30 мкм и, в частности, до менее 20 мкм (значение  $d_{90}$ ), например до размера частиц ( $d_{90}$ ), находящегося в диапазоне от 0,5 до 15 мкм. Стадия I.б) может проводиться посредством любого метода физического истирания, такого как измельчение, дробление или размол, в частности, с помощью мокрого измельчения или мокрого размола, включая, например, размол в бисерной мельнице, молотковый размол, размол в струйной мельнице, размол с воздушной классификацией, штифтовый размол, способы криогенного измельчения и подобные. Стадии I.a) и I.б) обычно выполняют последовательно. Однако, также возможно выполнять указанные стадии вместе.

В другом варианте осуществления изобретения, стадия I) включает обеспечение сафлуфенацила в виде порошка, при этом значение  $d_{90}$  частиц порошка составляет менее 40 мкм и, в частности, не более 30 мкм или не более 20 мкм, например, размер частиц ( $d_{90}$ ) находится в диапазоне от 1 до < 40 мкм, в частности 1-30 мкм или 1-20 мкм. Порошок обычно получают с помощью измельчения твердого сафлуфенацила, например, ангидрата или кристаллического гидрата, посредством традиционного метода сухого размола, такого как размол потоком воздуха, до состояния порошка, имеющего желательный размер частиц. Затем полученный таким образом порошок суспендируют в растворителе на основе воды или в водном растворе поверхностно-активного вещества группы А и необязательно поверхностно-активного вещества В.

В одном варианте осуществления, полимерные поверхностно-активные вещества А2 добавляют к суспензии сафлуфенацила, обеспеченной на стадии I) перед началом или иницированием или осуществлением поликонденсации, в частности, перед добавлением к ней аминопластового преконденсата. В частности, может быть предпочтительным выдерживать водную суспензию сафлуфенацила, содержащую полимерное поверхностно-активное вещество А2, на протяжении некоторого времени, например, на протяжении 10-180 мин, перед началом поликонденсации, в то время как полимерное поверхностно-активное вещество А1 добавляют только после стадии I). На стадии II), к водной суспензии стадии I) добавляют аминопластовый преконденсат, который, при отверждении на стадии III), образует твердый, нерастворимый в воде аминопластовый полимер, который заключает в себе или окружает твердые частицы сафлуфенацила, поскольку поликонденсация преимущественно происходит на поверхности твердых частиц сафлуфенацила.

Количество аминопластового преконденсата, добавленного на стадии II), выбирают таким образом, чтобы достичь желательного количества аминопластового полимера в полученной композиции микрочастиц. Фактически, добавленное количество соответствует количеству аминопластовой смолы в микрочастицах, с учетом того, что масса уменьшается за счет количества воды, которая образуется во время поликонденсации, и обычно находится в диапазоне 0,5-40 мас.%, в частности от 1 до 35 мас.% и, в частности, от 5 до 25 мас.% из расчета сафлуфенацила и в пересчете на органический материал.

Подходящие преконденсаты, которые могут добавляться на стадии II), включают преконденсаты меламина и формальдегида, включая полностью или частично этерифицированные преконденсаты меламина и формальдегида, преконденсаты мочевины и формальдегида, преконденсаты тиомочевины и формальдегида, преконденсаты меламина, мочевины и формальдегида (MUF смолы), в том числе смеси полностью или частично этерифицированные преконденсаты меламина и формальдегида и преконденсаты мочевины и формальдегида, преконденсаты мочевины и глутаральдегида, преконденсаты бензогуанамина и формальдегида, смеси дициандиамида и формальдегида и поликонденсаты мочевины и глиоксаля. Подходящие аминопластовые преконденсаты для микроинкапсулирования известны, и их можно найти, среди прочего, в Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3-е издание, т. 2, стр. 440-469, в

предшествующем уровне техники, цитируемом во вступительной части, US 4918317, EP 26914, EP 218887, EP 319337, EP 383337, EP 415273, DE 19833347, DE 19835114 и WO 01/51197. Подходящие доступны на рынке, например преконденсаты типа Cymel, такие, но не ограничиваясь ими, как Cymel®303, 327, 328 или 385 (этерифицированные меламина-формальдегидные смолы от компании Cytec), типа Maprenal®, такие, но не ограничиваясь ими, как Maprenal®MF 900w/95, MF 915/75IB, MF 920/75WA, MF 921w/85WA, (этерифицированные меламина-формальдегидные смолы от компании Ineos), типа Kauramin® от компании BASF SE, такие, но не ограничиваясь ими, как Kauramin® 783, Kauramin® 792 или Kauramin® 753 (меламина-формальдегидные смолы), Kauramin® 620 или Kauramin® 621 (меламина-мочевина-формальдегидные смолы), типа Kaurit® от компании BASF SE, такие, но не ограничиваясь ими, как Kaurit® 210, 216, 217 или 220 (мочевина-формальдегидные смолы), типа Luracoll®, такие как Luracoll® SD (этерифицированные меламина-формальдегидные смолы), типа Luwipal®, такие, но не ограничиваясь ими, как Luwipal® 063, Luwipal® 069 (этерифицированные меламина-формальдегидные смолы), или типа Plastopal®, такие, но не ограничиваясь ими, как Plastopal® BTM, Plastopal® BTW (этерифицированные мочевина-формальдегидные смолы).

В подходящих преконденсатах мочевины и формальдегида или тиомочевины и формальдегида, молярные соотношения мочевины или тиомочевины к формальдегиду, как правило, находятся в диапазоне от 1:0,8 до 1:4, в частности от 1:1,5 до 1:4, в частности от 1:2 до 1:3,5.

В подходящих преконденсатах меламина и формальдегида или меламина, (тио)мочевины и формальдегида, молярные соотношения меламина к формальдегиду, как правило, находятся в диапазоне от 1:1,5 до 1:10, в частности от 1:3 до 1:8 предпочтительно от 1:4 до 1:6.

В подходящих преконденсатах меламина и формальдегида или меламина, (тио)мочевины и формальдегида, молярные соотношения меламина + мочевины или тиомочевины к формальдегиду, как правило, находятся в диапазоне от 1:0,8 до 1:9, в частности, от 1:2 до 1:8 предпочтительно от 1:3 до 1:6. Молярное соотношение мочевины или тиомочевины к меламину обычно находится в диапазоне от 5:1 до 1:50 и, в частности от 30:1 до 1:30.

Прекоденсаты могут применяться в виде этерифицированных прекоденсатов аминоксоединения и альдегида. В указанные этерифицированных прекоденсатах, метилольные группы, образованные в результате реакции аминоксоединения с формальдегидом с алканолом или алкандиолом, в частности с C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-алканолом, таким как метанол, этанол, n-пропанол или n-бутанол, в частности, метанол, или C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-алкандиол, такой как этиленгликоль. Степень этерификации этих смол может регулироваться посредством молярного соотношения аминоксоединения к алканолу, которое обычно находится в диапазоне от 10:1 до 1:10, предпочтительно в диапазоне от 2:1 до 1:5.

Наиболее предпочтительно, прекоденсаты выбирают из группы, состоящей из меламина-формальдегидных смол, включая полностью или частично этерифицированные прекоденсаты меламина и формальдегида, и прекоденсатов мочевины и формальдегида и их смесей. В частности, прекоденсат представляет собой полностью или частично этерифицированный конденсат меламина и формальдегида, который может содержать небольшое количество мочевины, например 1-20 мол.%, из расчета меламина.

Добавление прекоденсата к водной суспензии обычно осуществляется посредством добавления прекоденсата в виде водного или спиртового раствора прекоденсата к водной суспензии, или посредством смешивания подходящих количеств растворенного прекоденсата. Предпочтительно, для достижения однородного распределения прекоденсата в водной суспензии, применяют подходящие смесительные устройства, такие как мешалки или встроенные смесители. При этом может быть предпочтительным добавлять прекоденсат, предпочтительно в виде раствора, к водной суспензии сафлуфенацила при перемешивании. Предпочтительно, добавление прекоденсата выполняют в условиях, в которых реакция поликонденсации является медленной или не происходит вообще, например, либо в случае, когда значение pH водной суспензии составляет по меньшей мере 6, например находится в диапазоне от pH 6 до pH 10, либо в случае, когда температура не превышает 30°C, либо в обоих случаях.

Поликонденсация аминоксоединения прекоденсата может осуществляться или инициироваться хорошо известным способом, например, с помощью нагревания водной суспензии до определенной температуры реакции, при значении pH, при котором при такой температуре реакции происходит поликонденсация.

Во время поликонденсации, аминоксоединение прекоденсата превращается в нерастворимую в воде аминоксоединительную смолу, которая выпадает в осадок из водной фазы и предпочтительно осаждается на поверхности твердых частиц сафлуфенацила, таким образом заключая в себе или окружая твердые частицы сафлуфенацила. В результате, возможно достичь эффективного инкапсулирования даже с небольшими количествами аминоксоединения прекоденсата. Предпочтительно, поликонденсацию аминоксоединения проводят при значении pH менее 6, в частности при значении pH не более 5, например в диапазоне значений pH от 0 до 6, в частности в диапазоне значений pH от 1 до 5, или значений pH от 2 до 4.

Значение pH водной суспензии обычно регулируют посредством добавления подходящих количеств органической или неорганической кислоты, такой как серная кислота, соляная кислота, фосфорная кислота, карбоновая кислота, включая алкановые кислоты, алкандикарбоновые кислоты или гидроксиды.

карбоновые кислоты, такие как муравьиная кислота, уксусная кислота, пропионовая кислота, щавелевая кислота, яблочная кислота или лимонная кислота и алкил- или арилсульфоновые кислоты, такие как метансульфоновая кислота или толуолсульфоновая кислота. Является предпочтительным, если по меньшей мере часть, в частности большая часть кислоты присутствует в водной суспензии, до того, как водную суспензию нагревают до температуры реакции.

Предпочтительно, поликонденсацию аминопластового преконденсата проводят при повышенной температуре, в частности при температуре, составляющей по меньшей мере 30°C, в частности по меньшей мере 40°C или по меньшей мере 50°C, например при температуре, находящейся в диапазоне от 30 до 100°C, в частности в диапазоне от 40 до 95°C или в диапазоне от 50 до 90°C. Может быть возможным начинать поликонденсацию аминопласта при сравнительно низкой температуре, например, при температуре, находящейся в диапазоне от 30 до 65°C или 35-60°C, а затем завершать реакцию поликонденсации при более высокой температуре, например, составляющей 50-100°C или 60-90°C. Время, необходимое для завершения поликонденсации, может варьироваться в зависимости от реакционной способности преконденсата, температуры и значения pH водной суспензии, и может занимать от 1 до 24 ч, в частности от 2 до 12 ч. Предпочтительно, реакцию поликонденсации, по меньшей мере частично, проводят при температурах, составляющих по меньшей мере 50°C, в частности по меньшей мере 60°C, например на протяжении 1-8 ч, при температуре, находящейся в диапазоне от 50 до 100°C, в частности 60-90°C.

Полученная таким образом водная суспензия микрочастиц сафлуфенацила может быть нейтрализована добавлением основания. Предпочтительно, значение pH суспензии доводят до значения pH, составляющего по меньшей мере 6, например до значения pH, находящегося в диапазоне от 6 до 10, в частности в диапазоне значений pH от 6,5 до 9,0. В одном предпочтительном варианте осуществления применяемым основанием является аммиак, в частности водный аммиак.

Из полученной таким образом водной суспензии, микрочастицы можно выделить, например, с помощью фильтрования или центрифугирования, или водная суспензия может подвергаться сушке распылением, гранулироваться или лиофилизироваться, с тем, чтобы получить твердую композицию в виде порошка или гранул. Твердая композиция может повторно диспергироваться или состояться с применением вспомогательных веществ препаративной формы, которые описаны выше.

Водная суспензия также может применяться как таковая или состояться в виде жидкой препаративной формы, например, в виде суспензии, применяя подходящие вспомогательные вещества препаративной формы, которые описаны выше, например, такие как загустители, анионные поверхностно-активные вещества В, неионные поверхностно-активные вещества и/или биоциды.

Изобретение также относится к применениям композиции микрочастиц в соответствии с изобретением для защиты сельскохозяйственных растений и к способам борьбы с нежелательной растительностью, которые включают применение препаративных форм, в разбавленном или неразбавленном виде, к растениям, их окружающей среде и/или семенам.

Композиции в соответствии с изобретением обеспечивают очень хороший контроль растительности на не содержащих сельскохозяйственных культур участках, в частности, при высоких нормах внесения. Однако, как правило, более высоких норм внесения не требуется, по сравнению с обычными препаративными формами неинкапсулированного сафлуфенацила, для достижения аналогичного контроля.

Среди сельскохозяйственных культур, таких как соя, хлопчатник, масличный рапс, лен, чечевица, рис, сахарная свекла, подсолнечник, табак и зерновые культуры, например, такие как кукуруза или пшеница, композиции в соответствии с изобретением активны против широколистных сорняков и злаковых сорняков, и причиняют меньший вред сельскохозяйственным растениям по сравнению с обычными препаративными формами неинкапсулированного сафлуфенацила. Этот эффект особенно заметен при низких нормах внесения. Более того, композиции в соответствии с изобретением обеспечивают длительную остаточную активность, которая при этом превышает остаточную активность обычных препаративных форм неинкапсулированного сафлуфенацила.

Композиции в соответствии с изобретением имеют исключительную гербицидную активность против нежелательной растительности, в частности против широкого спектра экономически важных вредных однодольных и двудольных сорняков.

Ниже упоминаются некоторые представители однодольных и двудольных сорняков, с которыми можно бороться с помощью композиций в соответствии с изобретением, без ограничения перечисления определенными видами.

В одном варианте осуществления, композиции в соответствии с изобретением применяют для борьбы с однодольными сорняками.

Примеры однодольных сорняков, на которые эффективно действуют композиции в соответствии с изобретением, выбирают из рода

Hordeum spp.,  
 Echinochloa spp., Poa spp., Bromus spp., Digitaria spp., Eriochloa spp., Setaria spp.,  
 Pennisetum spp., Eleusine spp., Eragrostis spp., Panicum spp., Lolium spp.,  
 Brachiaria spp., Leptochloa spp., Avena spp., Cyperus spp., Axonopris spp.,  
 Sorghum spp., и Melinus spp..

Предпочтительные примеры однодольных сорняков, на которые эффективно действуют композиции в соответствии с изобретением, выбирают из видов

Hordeum murinum, Echinochloa crus-galli, Poa annua, Bromus rubens L., Bromus rigidus, Bromus secalinus L., Digitaria sanguinalis, Digitaria insularis, Eriochloa gracilis, Setaria faberi, Setaria viridis, Pennisetum glaucum, Eleusine indica, Eragrostis pectinacea, Panicum miliaceum, Lolium multiflorum, Brachiaria platyphylla, Leptochloa fusca, Avena fatua, Cyperus compressus, Cyperus esculentes, Axonopris offinis, Sorghum halapense, и Melinus repens.

Особенно предпочтительные примеры однодольных сорняков, на которые эффективно действуют композиции в соответствии с изобретением, выбирают из видов

Echinochloa spp., Digitaria spp., Setaria spp., Eleusine spp. и Brachiarium spp.

В одном варианте осуществления композиции в соответствии с изобретением применяют для борьбы с двудольными сорняками.

Примеры двудольных сорняков, на которые эффективно действуют композиции в соответствии с изобретением, выбирают из рода

Amaranthus spp.,  
 Erigeron spp., Conyza spp., Polygonum spp., Medicago spp., Mollugo spp.,  
 Cyclosperrum spp., Stellaria spp., Gnaphalium spp., Taraxacum spp., Oenothera spp.,  
 Amsinckia spp., Erodium spp., Erigeron spp., Senecio spp., Lamium spp., Kochia spp.,  
 Chenopodium spp., Lactuca spp., Malva spp., Ipomoea spp., Brassica spp.,  
 Sinapis spp., Urtica spp., Sida spp., Portulaca spp., Richardia spp., Ambrosia spp.,  
 Calandrinia spp., Sisymbrium spp., Sesbania spp., Capsella spp., Sonchus spp.,  
 Euphorbia spp., Helianthus spp., Coronopus spp., Salsola spp., Abutilon spp.,  
 Vicia spp., Epilobium spp., Cardamine spp., Picris spp., Trifolium spp.,  
 Galinsoga spp., Epimedium spp., Marchantia spp., Solanum spp., Oxalis spp.,  
 Metricaria spp., Plantago spp., Tribulus spp., Cenchrus spp. Bidens spp.,  
 Veronica spp., и Hypochaeris spp..

Предпочтительные примеры двудольных сорняков, на которые эффективно действуют композиции в соответствии с изобретением, выбирают из видов

*Amaranthus spinosus*, *Polygonum convolvulus*, *Medicago polymorpha*, *Mollugo verticillata*, *Cyclosporum leptophyllum*, *Stellaria media*, *Gnaphalium purpureum*, *Taraxacum officinale*, *Oenothera laciniata*, *Amsinckia intermedia*, *Erodium cicutarium*, *Erodium moschatum*, *Erigeron bonariensis* (*Conyza bonariensis*), *Senecio vulgaris*, *Lamium amplexicaule*, *Erigeron canadensis*, *Polygonum aviculare*, *Kochia scoparia*, *Chenopodium album*, *Lactuca serriola*, *Malva parviflora*, *Malva neglecta*, *Ipomoea hederacea*, *Ipomoea lacunose*, *Brassica nigra*, *Sinapis arvensis*, *Urtica dioica*, *Amaranthus blitoides*, *Amaranthus retroflexus*, *Amaranthus hybridus*, *Amaranthus lividus*, *Sida spinosa*, *Portulaca oleracea*, *Richardia scabra*, *Ambrosia artemisiifolia*, *Calandrinia caulescens*, *Sisymbrium irio*, *Sesbania exaltata*, *Capsella bursa-pastoris*, *Sonchus oleraceus*, *Euphorbia maculate*, *Helianthus annuus*, *Coronopus didymus*, *Salsola tragus*, *Abutilon theophrasti*, *Vicia benghalensis* L., *Epilobium paniculatum*, *Cardamine* spp., *Picris echioides*, *Trifolium* spp., *Galinsoga* spp., *Epimedium* spp., *Marchantia* spp., *Solanum* spp., *Oxalis* spp., *Metricaria matricarioides*, *Plantago* spp., *Tribulus terrestris*, *Salsola kali*, *Cenchrus* spp., *Bidens bipinnata*, *Veronica* spp., и *Hypochaeris radicata*.

Особенно предпочтительные примеры двудольных сорняков, на которые эффективно действуют композиции в соответствии с изобретением, выбирают из видов *Amaranthus* spp., *Erigeron* spp., *Conyza* spp., *Kochia* spp. и *Abutilon* spp.

В зависимости от рассматриваемого способа применения, препаративные формы в соответствии с изобретением, к тому же могут применяться среди следующих сельскохозяйственных растений, с целью удаления нежелательных растений. Подходящими при этом сельскохозяйственными культурами являются, например, следующие:

*Allium cepa*, *Ananas comosus*, *Arachis hypogaea*, *Asparagus officinalis*, *Avena sativa*, *Beta vulgaris* spec. *altissima*, *Beta vulgaris* spec. *rapa*, *Brassica napus* var. *napus*, *Brassica napus* var. *napobrassica*, *Brassica rapa* var. *silvestris*, *Brassica oleracea*, *Brassica nigra*, *Camellia sinensis*, *Carthamus tinctorius*, *Carya illinoensis*, *Citrus limon*, *Citrus sinensis*, *Coffea arabica* (*Coffea canephora*, *Coffea liberica*), *Cucumis sativus*, *Cynodon dactylon*, *Daucus carota*, *Elaeis guineensis*, *Fragaria vesca*, *Glycine max*, *Gossypium hirsutum*, (*Gossypium arboreum*, *Gossypium herbaceum*, *Gossypium vitifolium*), *Helianthus annuus*, *Hevea brasiliensis*, *Hordeum vulgare*, *Humulus lupulus*, *Ipomoea batatas*, *Juglans regia*, *Lens culinaris*, *Linum usitatissimum*, *Lycopersicon lycopersicum*, *Malus* spec., *Manihot esculenta*, *Medicago sativa*, *Musa* spec., *Nicotiana tabacum* (*N. rustica*), *Olea europaea*, *Oryza sativa*, *Phaseolus lunatus*, *Phaseolus vulgaris*, *Picea abies*, *Pinus* spec., *Pistacia vera*, *Pisum sativum*, *Prunus avium*, *Prunus persica*, *Pyrus communis*, *Prunus armeniaca*, *Prunus cerasus*, *Prunus dulcis* и *Prunus domestica*, *Ribes sylvestre*, *Ricinus communis*, *Saccharum officinarum*, *Secale cereale*, *Sinapis alba*, *Solanum tuberosum*, *Sorghum bicolor* (s. *vulgare*), *Theobroma cacao*, *Trifolium pratense*, *Triticum aestivum*, *Triticale*, *Triticum durum*, *Vicia faba*, *Vitis vinifera* и *Zea mays*.

При этом предпочтительными сельскохозяйственными культурами являются

*Arachis hypogaea*, *Beta vulgaris* spec. *altissima*, *Brassica napus* var. *napus*, *Brassica oleracea*, *Citrus limon*, *Citrus sinensis*, *Coffea arabica* (*Coffea canephora*, *Coffea liberica*), *Cynodon dactylon*, *Glycine max*, *Gossypium hirsutum*, (*Gossypium arboreum*, *Gossypium herbaceum*, *Gossypium vitifolium*), *Helianthus annuus*, *Hordeum vulgare*, *Juglans regia*, *Lens culinaris*, *Linum usitatissimum*, *Lycopersicon lycopersicum*, *Malus spec.*, *Medicago sativa*, *Nicotiana tabacum* (*N.rustica*), *Olea europaea*, *Oryza sativa*, *Phaseolus lunatus*, *Phaseolus vulgaris*, *Pistacia vera*, *Pisum sativum*, *Prunus dulcis*, *Saccharum officinarum*, *Secale cereale*, *Solanum tuberosum*, *Sorghum bicolor* (s. *vulgare*), *Triticale*, *Triticum aestivum*, *Triticum durum*, *Vicia faba*, *Vitis vinifera* и *Zea mays*.

Особенно предпочтительными сельскохозяйственными культурами являются культуры зерновых, кукуруза, соевые бобы, рис, масличный рапс, хлопчатник, картофель, арахис или многолетние культуры.

Кроме того, композиции в соответствии с изобретением также могут применяться среди сельскохозяйственных культур, которые в результате селекции, включая методы генной инженерии, переносят действие гербицидов.

Более того, композиции в соответствии с изобретением также могут применяться среди сельскохозяйственных культур, которые в результате селекции, включая методы генной инженерии, переносят поражение насекомыми или грибами.

Композиции в соответствии с изобретением также могут применяться среди сельскохозяйственных культур, которые были модифицированы с помощью мутагенеза или генной инженерии, с тем, чтобы придать растению новый признак или модифицировать уже имеющийся признак.

Термин "сельскохозяйственные культуры", как его используют в этой заявке, включает также (культурные) растения, которые были модифицированы с помощью мутагенеза или генной инженерии, с тем, чтобы придать растению новый признак или модифицировать уже имеющийся признак.

Мутагенез включает в себя методы случайного мутагенеза с применением рентгеновских лучей или мутагенных химических веществ, а также методы направленного мутагенеза, с тем, чтобы создать мутации в определенном локусе генома растения. В методах направленного мутагенеза, для достижения целенаправленного действия, часто используются олигонуклеотиды или белки, такие как CRISPR/Cas, цинк-пальцевые нуклеазы, нуклеазы TALEN (нуклеазы на основе эффектора, подобного активатору транскрипции) или мегануклеазы.

Генная инженерия обычно использует методы рекомбинантной ДНК для создания модификаций в геноме растения, которые в естественных условиях не могут быть легко получены с помощью кроссбридинга, мутагенеза или естественной рекомбинации. Обычно, один или несколько генов включаются в геном растения, с тем, чтобы добавить признак или улучшить признак. В уровне техники указанные интегрированные гены также называют трансгенами, при этом растения, содержащие такие трансгены, называют трансгенными растениями. Процесс трансформации растения обычно вызывает несколько событий трансформации, которые различаются геномным локусом, в который был интегрирован трансген. Растения, содержащие конкретный трансген в конкретном геномном локусе, обычно описываются как растения, содержащие конкретное "событие", которое обозначается конкретным названием события. Признаки, который были введены в растения или были модифицированы, включают толерантность к определенным гербицидам, устойчивость к насекомым, повышенную урожайность и устойчивость к абиотическим условиям, таким как засуха.

Толерантность к гербицидам была создана с помощью мутагенеза а также с помощью генной инженерии. Растения, которым с помощью традиционных методов мутагенеза и селекции придали толерантность к гербицидам на основе ингибиторов ацетолактатсинтазы (ALS), включают сорта растений, доступны на рынке под названием Clearfield®. Однако, большинство признаков толерантности к гербицидам было создано с помощью применения трансгенов.

Была создана толерантность к целому ряду гербицидов, например к глифосату, глюфосинату, 2,4-D, дикамбе, оксинилильным гербицидам, таким как бромоксинил и иоксинил, к гербицидам на основе сульфонилмочевины, гербицидам на основе ингибиторов ALS и к гербицидам на основе ингибиторов 4-гидроксифенилпируватдиоксигеназы (HPPD), таким как изоксафлутол и мезотрион.

Трансгены, которые применяли для обеспечения признаков толерантности к гербицидам, включают: для толерантности к глифосату: *cp4 epsps*, *epsps grg23ace5*, *merpsps*, *2merpsps*, *gat4601*, *gat4621* и *goxv247*, для толерантности к глюфосинату: *pat* и *bar*, для толерантности к 2,4-D: *aad-1* и *aad-12*, для толерантности к дикамбе: *dmo*, для толерантности к оксинилильным гербицидам: *bxn*, для толерантности к гербицидам на основе сульфонилмочевины: *zm-hra*, *csr1-2*, *gm-hra*, *S4-HrA*, для толерантности к гербицидам на основе ингибиторов ALS: *csr1-2*, для толерантности к гербицидам на основе ингибиторов HPPD: *hppdPF*, *W336* и *avhppd-03*.

Трансгенными объектами кукурузы, содержащими гены толерантности к гербицидам, например, являются, но не исключая при этом других, DAS40278, MON801, MON802, MON809, MON810, MON832, MON87411, MON87419, MON87427, MON88017, MON89034, NK603, GA21, MZHGOJG, HCEM485, VCO-Ø1981-5, 676, 678, 680, 33121, 4114, 59122, 98140, Bt10, Bt176, CBH-351, DBT418, DLL25, MS3, MS6, MZIR098, T25, TC1507 и TC6275.

Трансгенными объектами сои, содержащими гены толерантности к гербицидам, например, являются, но не исключая при этом других, GTS 40-3-2, MON87705, MON87708, MON87712, MON87769, MON89788, A2704-12, A2704-21, A5547-127, A5547-35, DP356043, DAS44406-6, DAS68416-4, DAS-81419-2, GU262, SYHTØH2, W62, W98, FG72 и CV127.

Трансгенными объектами хлопчатника, содержащими гены толерантности к гербицидам, например, являются, но не исключая при этом других, 19-51a, 31707, 42317, 81910, 281-24-236, 3006-210-23, BXN10211, BXN10215, BXN10222, BXN10224, MON1445, MON1698, MON88701, MON88913, GHB119, GHB614, LLCotton25, T303-3 и T304-40.

Трансгенными объектами канолы, содержащими гены толерантности к гербицидам, например, являются, но не исключая при этом других, MON88302, HCR-1, HCN10, HCN28, HCN92, MS1, MS8, PHU14, PHU23, PHU35, PHU36, RF1, RF2 и RF3.

Устойчивость к насекомым в основном была создана с помощью переноса растениям бактериальных генов инсектицидных белков. Наиболее часто применяемыми трансгенами являются гены токсинов *Bacillus spec*, и их синтетические варианты, такие как *cry1A*, *cry1Ab*, *cry1Ab-Ac*, *cry1Ac*, *cry1A.105*, *cry1F*, *cry1Fa2*, *cry2Ab2*, *cry2Ae*, *mcry3A*, *ecry3.1Ab*, *cry3Bb1*, *cry34Ab1*, *cry35Ab1*, *cry9C*, *vip3A(a)*, *vip3Aa20*. Однако другим растениям также переносили гены растительного происхождения, в частности гены, кодирующие ингибиторы протеазы, такие как *SrPI* и *pinII*. В другом подходе, для получения в растениях двухцепочечной РНК, с тем, чтобы направленно воздействовать и отрицательно регулировать гены насекомых, применяли трансгены. Примером такого трансгена является *dvsnf7*.

Трансгенными объектами кукурузы, содержащими гены инсектицидных белков или двухцепочечную РНК, например, являются, но не исключая при этом других, Bt10, Bt11, Bt176, MON801, MON802, MON809, MON810, MON863, MON87411, MON88017, MON89034, 33121, 4114, 5307, 59122, TC1507, TC6275, CBH-351, MIR162, DBT418 и MZIR098.

Трансгенными объектами сои, содержащими гены инсектицидных белков, например, являются, но не исключая при этом других, MON87701, MON87751 и DAS-81419.

Трансгенными объектами хлопчатника, содержащими гены инсектицидных белков, например, являются, но не исключая при этом других, SGK321, MON531, MON757, MON1076, MON15985, 31707, 31803, 31807, 31808, 42317, BNLA-601, Event1, COT67B, COT102, T303-3, T304-40, GFM *cry1A*, GK12, MLS 9124, 281-24-236, 3006-210-23, GHB119 и SGK321.

Повышенная урожайность была создана с помощью повышения биомассы колошения посредством применения трансгена *athb17*, присутствующего в трансгенном объекте кукурузы MON87403, или с помощью усиления фотосинтеза посредством применения трансгена *bbx32*, присутствующего в трансгенном объекте сои MON87712.

Сельскохозяйственные культуры, имеющие модифицированное содержание масла, были созданы посредством применения трансгенов: *gm-fad2-1*, *Pj.D6D*, *Nc.Fad3*, *fad2-1A* и *fatb1-A*. Трансгенными объектами сои, содержащими по меньшей мере один из указанных генов, являются: 260-05, MON87705 и MON87769.

Устойчивость к абиотическим условиям, в частности устойчивость к засухе, была создана посредством применения трансгена *cspB*, содержащегося в трансгенном объекте кукурузы MON87460, и посредством применения трансгена *Nahb-4*, содержащегося в трансгенном объекте сои IND-ØØ41Ø-5.

Признаки часто объединяют посредством комбинирования генов в событии трансформации или посредством комбинирования разных событий во время процесса селекции. Предпочтительная комбинация признаков представляют собой толерантность к гербицидам в отношении разных групп гербицидов, толерантность к насекомым в отношении разных видов насекомых, в частности, толерантность к чешуекрылым и жесткокрылым насекомым, толерантность к гербицидам с один или несколькими типами устойчивости к насекомым, толерантность к гербицидам вместе с повышенной урожайностью, а также комбинация толерантности к гербицидам и толерантности к абиотическим условиям.

Растения, содержащие единичные или пакетированные признаки, а также гены и события, обеспечивающие эти признаки, хорошо известны в уровне техники. Например, подробная информация в отношении подвергнутых мутагенезу или интегрированных генах и соответствующих событиях доступна на веб-сайтах организаций "International Service for the Acquisition of Agri-biotech Applications (ISAAA)" (<http://www.isaaa.org/gmapprovaldatabase>) и "Center for Environmental Risk Assessment (CERA)" (<http://ceragmc.org/GMCropDatabase>), а также в заявках на получение патента, таких как EP 3028573 и WO 2017/011288.

Применение соединений формулы (I) или препаративных форм или комбинаций в соответствии с изобретением, содержащих их, к сельскохозяйственным культурам, может приводить к эффектам, специфичным для сельскохозяйственной культуры, которая содержит определенный ген или событие. Ука-

занные эффекты могут включать изменения особенностей роста или измененную устойчивость к факторам биотического или абиотического стресса. Такие эффекты могут, в частности, включать увеличенную урожайность, усиленную устойчивость или толерантность к насекомым, нематодам, к грибковым, бактериальным, микоплазматическим, вирусным или вироидным патогенам, а также ранняя мощность растения, раннее или замедленное созревание, устойчивость к холоду или жаре, а также измененный состав или содержание аминокислот или жирных кислот.

Более того, растения также охватывают растения, которые вследствие применения методов рекомбинантной ДНК, содержат модифицированное количество составляющих или новые составляющие, в частности, предназначенных для улучшения производства сырья, например, картофель, который вырабатывает повышенное количества амилопектина (например, картофель Amflora", компания BASF SE, Германия).

Более того, было обнаружено, что композиции в соответствии с изобретением являются также подходящими для дефолиации и/или десикации частей растений сельскохозяйственных культур, таких как хлопчатник, картофель, масличный рапс, подсолнечник, соя или кормовые бобы, в частности хлопчатник. В этом отношении, были обеспечены препаративные формы и/или комбинации для десикации и/или дефолиации сельскохозяйственных культур, способы изготовления указанных препаративных форм и /или получения комбинаций, а также способы десикации и/или дефолиации растений посредством применения композиций в соответствии с изобретением.

В качестве десикантов, композиции в соответствии с изобретением являются особенно подходящими для десикации наземных частей сельскохозяйственных растений, таких как картофель, масличный рапс, подсолнечник и соя, а также зерновые культуры. Это делает возможной полностью механизированную уборку урожая этих важных сельскохозяйственных растений.

Также представляет экономический интерес облегчение уборки урожая, которое становится возможным в результате концентрирования на протяжении определенного периода времени растрескивания плодов, или уменьшения сцепления с деревом цитрусовых, маслин и других видов и сортов дефицитных плодов, косточковых плодов и орехов. Тот же механизм, то есть стимулирование развития отделительной ткани между плодовой частью или частью листа и частью черенка растений также важен для контролируемой дефолиации полезных растений, в частности, хлопчатника.

Более того, сокращение интервала времени, за которое созревают отдельные растения хлопчатника, приводит к повышению качества волокон после сбора урожая.

Более того, было обнаружено, что композиции в соответствии с изобретением также подходят для контроля хвойных, в частности семян хвойных, которые растут природным путем, и, в частности, для контроля семян сосны, которые растут природным путем.

В общем, композиции в соответствии с изобретением, которые описаны в этой заявке, подходят для борьбы с нежелательной растительностью. С этой целью, композиции могут применяться как таковые или их предпочтительно применяют после разбавления водой. Предпочтительно, для разных целей применения конечным потребителем, так называемый водный раствор для опрыскивания получают посредством разбавления композиций в соответствии с настоящим изобретением водой, например, водопроводной водой. Растворы для опрыскивания также могут содержать дополнительные составляющие компоненты в растворенном, эмульгированном или суспендированном виде, например, удобрения, действующие вещества других групп гербицидных или регулирующих рост действующих веществ, дополнительные действующие вещества, например, действующие вещества для борьбы с животными-вредителями или фитопатогенными грибами или бактериями, кроме этого, минеральные соли, которые применяют для уменьшения недостатка питательных веществ и микроэлементов, а также нефитотоксичные масла или масляные концентраты. Как правило, указанные составляющие компоненты добавляют в смесь для распыления до, во время или после разбавления композиций в соответствии с изобретением.

Композиции в соответствии с изобретением могут применяться дождевым или послевсходным способом. Если сафлуфенацил хуже переносится определенными сельскохозяйственными растениями, могут применяться такие способы нанесения, когда гербицидные композиции распыляются с помощью опрыскивателя таким образом, чтобы листья чувствительных сельскохозяйственных растений по возможности не входили в контакт с ними, и при том действующие вещества достигали листьев нежелательных растений, которые растут внизу, или оголенной поверхности почвы (направленное на почву опрыскивание, почвенное внесение).

В зависимости от цели предпринимаемых мер контроля, сезона, целевых растений и стадии роста, композиции в соответствии с изобретением применяют таким образом, чтобы нормы внесения сафлуфенацила составляли из 0,001 до 3,0, предпочтительно от 0,01 до 1,0 кг/га действующего вещества (д.в.).

Для расширения спектра действия и для получения синергического действия, композиции в соответствии с изобретением могут смешиваться с целым рядом представителей других групп гербицидных или регулирующих рост действующих веществ, и применяться вместе с ними.

Примерами подходящих партнеров смеси являются 1,2,4-тиадиазолы, 1,3,4-тиадиазолы, амиды, аминифосфорная кислота и ее производные, аминотриазолы, анилиды, арилокси/гетероарилоксиалкановые кислоты и их производные, бензойная кислота и ее производные, бензотиадиазиноны, 2-(гетаро-

ил/ароил)-1,3-циклогександионы, гетероариларилкетоны, бензилизоксазолидиноны, производные мета-SF3-фенила, карбаматы, хинолинкарбоновая кислота и ее производные, хлорацетанилиды, производные простого циклогексеноноксимового эфира, диазины, дихлоропропионовая кислота и ее производные, дигидробензофураны, дигидрофуран-3-оны, динитроанилины, динитрофенолы, простые дифениловые эфиры, дипиридины, галокарбоновые кислоты и их производные, мочевины, 3-фенилурацилы, имидазолы, имидазолиноны, N-фенил-3,4,5,6-тетрагидрофталимиды, оксадиазолы, оксираны, фенолы, сложные эфиры арилокси- и гетероарилоксифеноксипропионовой кислоты, фенилуксусная кислота и ее производные, 2-фенилпропионовая кислота и ее производные, пиразолы, фенилпиразолы, пиридазины, пиридин-карбоновая кислота и ее производные, простые пиримидиловые эфиры, сульфонамиды, сульфонилмочевинны, триазины, триазиноны, триазолиноны, триазолкарбоксамиды и урацилы.

Также возможно применять композиции в соответствии с настоящим изобретением в качестве партнера баковой смеси с другими препаративными формами. Таким образом, композиции в соответствии с изобретением могут смешиваться и применяться вместе с целым рядом различных препаративных форм пестицидных соединений, например, с препаративными формами, которые содержат действующие вещества или адъюванты, такие как атразин, глифосат, глюфосинат, S-метолахлор, сложный эфир 2,4-D, изоксафлотол, дифлюфензопир, дикамба, мезотрион, диметенамид-P, пендиметалин, имазетапир, парафиновые масла, эфиры жирной кислоты и многоатомного спирта, полиэтоксигированные эфиры жирной кислоты и многоатомного спирта, этоксигированные алкиларилфосфаты, метилированные масла из семян, эмульгирующие вещества, сульфат аммония и их смеси.

Более того, может быть преимущественным применять содержащие сафлуфенацил композиции в соответствии с изобретением, отдельно или в комбинации с другими гербицидами, в качестве смеси вместе с другими дополнительными средствами защиты растений, например со средствами, предназначенными для борьбы с вредителями или фитопатогенными грибами или бактериями. Также представляет интерес смешиваемость с растворами минеральных солей, которые применяют для уменьшения недостатка питательных веществ и микроэлементов.

При этом также могут добавляться нефитотоксичные масла и масляные концентраты.

Настоящее изобретение предлагает следующие преимущества:

Оно легко и экономически выгодно в осуществлении.

Композиции в соответствии с изобретением могут смешиваться с широким спектром других пестицидов и их препаративных форм, в частности с гербицидами, имеющими растворимость в воде, составляющую по меньшей мере один г/л, такими как ауксины, бентазон, дикват и паракват и их препаративные формы. В частности, достигается смешиваемость с дикамбой, глифосатом, глюфосинатом, MCPA, 2,4-дихлорофеноксиксусной кислотой, 2,4,5-трихлорофеноксиксусной кислотой, бентазоном, дикватом и паракватом, и их препаративными формами.

Композиции в соответствии с изобретением демонстрируют как высокую физическую стабильность, так и высокую химическую устойчивость на протяжении продолжительных сроков хранения, сохраняя при этом свою биологическую эффективность.

При разбавлении водой композиции в соответствии с изобретением дают стабильные водные композиции сафлуфенацила и не образуют при этом крупнозернистый материал или надосадочную жидкость, или образуют их только совсем немного.

Следующие примеры предназначены дополнительно проиллюстрировать настоящее изобретение, никоим образом не ограничивая при этом его объем.

### Примеры

#### I. Аналитические методы.

Распределение частиц по размерам (PSD) определяли с помощью статистического лазерного рассеяния посредством применения Malvern Mastersizer 200 в соответствии с Европейским стандартом ISO 13320 EN. Данные обрабатывали в соответствии с теорией Ми с помощью программного обеспечения, предоставленного компанией Malvern Instruments, используя "универсальную модель". Важными параметрами являются  $dp_n$ -значения, где  $n = 10, 50$  и  $90$ , то есть значения  $d_{10}, d_{50}$  и  $d_{90}$ .

Содержание твердых частиц в полученной дисперсии устанавливали с помощью выпаривания летучих веществ небольшого образца водной суспензии в сушильной камере при температуре  $105^{\circ}\text{C}$  на протяжении 2 ч. Каждое значение, указанное для примеров, представляет собой среднее значение из трех параллельных экспериментов.

#### II. Составляющие компоненты.

Противовспенивающее вещество 1: противовспенивающее вещество на основе эмульсии силиконового масла.

Противовспенивающее вещество 2: противовспенивающая эмульсия, содержащая полидиметилсилоксан.

Биоцид 1: водная биоцидная препаративная форма, содержащая метилизотиазолинон и хлорметилизотиазолинон.

Биоцид 2: биоцидная препаративная форма на основе гликоля, содержащая бензизотиазолинон.

Биоцид 3: биоцидная препаративная форма, содержащая 2-бром-2-нитропропан-1,3-диол.

Ксантановая камедь.

Адьювант 1: метилированное масло из семян, алкилфенолэтоксилат.

Неионное поверхностно-активное вещество 1: неионное поверхностно-активное вещество, содержащее тристирилфенолалкоксилат.

Неионное поверхностно-активное вещество 2: неионное поверхностно-активное вещество типа ПЭО-ППО-ПЭО, Mw ППО составляет 3 250 г/моль, процентное содержание полиэтиленгликоля на молекулу составляет 50 мас. %.

Анионное поверхностно-активное вещество А1-1: лигносульфонат натрия, смотри табл. 1.

Анионное поверхностно-активное вещество А1-2: лигносульфонат натрия, смотри табл. 1.

Анионное поверхностно-активное вещество А1-3: лигнин, сульфометилированный, смотри табл. 1.

Анионное поверхностно-активное вещество А1-4: лигносульфонат натрия, смотри табл. 1.

Анионное поверхностно-активное вещество А1-5: лигносульфонат натрия, смотри табл. 1.

Поверхностно-активное вещество А2-1: 20%-ный водный раствор натриевой соли поли(2-акриламида-2-метилпропансульфоновой кислоты) со значением рН 2,5-4; (№ CAS 55141-01-0 или 35641-59-9).

Прекоденсат Р1: 70%-ный по массе водный раствор этерифицированного прекоденсата меламина и формальдегида, № CAS 68002-20-0.

Гербицид Roundup® Powermax II: доступный на рынке водный раствор глифосата калия, содержание 540 грамм глифосата на литр (в пересчете на глифосат-кислоту).

Гербицид Engenia®: доступный на рынке водный раствор N,N,Бис-(3-аминопиламин)метиламинной соли дикамбы, содержание 600 грамм глифосата на литр (в пересчете на дикамба-кислоту).

Гербицид Roundup WeatherMAX: доступный на рынке водный раствор глифосата калия, содержание 540 грамм глифосата на литр (в пересчете на глифосат-кислоту).

Гербицид Noncho® plus: доступный на рынке водный раствор изопропиламмониевой соли глифосата, содержание 356 грамм глифосата на литр (в пересчете на глифосат-кислоту).

III. Получение композиций в соответствии с изобретением:

а) Предварительно приготовленная смесь суспензии.

4,1 кг сафлуфенацила tgai (Technical Grade of the Active Ingredient - технический сорт действующего вещества) (чистота 97,5 %) размалывали в бисерной мельнице в водной фазе, содержащей 80 г лаурилсульфата натрия, 8,0 г Биоцида 1, 16,0 г Биоцида 2 и 6,4 г Биоцида 3, соответственно, 4,0 г Противовспенивающего вещества 1, 4,5 г лимонной кислоты и 3,78 кг воды, до тех пор, пока размер частиц не достигал значения d50, составляющего 1,1 мкм, в соответствии с данными статического лазерного рассеяния. (Применяемое оборудование: Malvern 3000, программное обеспечение: V3.63, модель рассеяния: модель Фраунхофера, аналитическая модель: универсальная).

б) Предварительно приготовленная смесь капсул.

280 г указанной выше предварительно приготовленной смеси суспензии смешивали с 52 г 20%-ного по массе раствора Поверхностно-активного вещества А2-1, затем добавляли 59 г Прекоденсата Р1, и в конце 32 г 10%-ного по массе водного раствора лимонной кислоты. Указанную предварительно приготовленную смесь нагревали до +80°C при перемешивании, выдерживали при температуре +80°C на протяжении 2 часов, затем охлаждали до комнатной температуры. Получали суспензию микрокапсул со значением d50=46 мкм (Применяемое оборудование: Malvern 3000, программное обеспечение: V3.63, модель рассеяния: модель Фраунхофера, аналитическая модель: универсальная).

в) Капсулированная препаративная форма.

К 10 г указанной выше предварительно приготовленной смеси капсул добавляли 0,5 г полимерного поверхностно-активного вещества в соответствии с приведенной далее таблицей, и суспензию уравнивали с помощью перемешивания на протяжении 30 мин. Получали пять стабилизированных капсулированных препаративных форм CS1-CS5.

Таблица 1. Свойства анионных поверхностно-активных веществ А1-1-А1-5

Пример	Диспергирующее вещество		Mw [г/моль]	Степень сульфирования [моль SO <sub>3</sub> /кг лигносульфоната]	в соответствии с изобретением/сравнение
CS1	Анионное поверхностно-активное вещество А1-1		43 000	1,9	в соответствии с изобретением
CS2	Анионное поверхностно-активное вещество А1-2		65 000	1,7	в соответствии с изобретением
CS3	Анионное поверхностно-активное вещество А1-3		10 200	1,5	в соответствии с изобретением
CS4	Анионное поверхностно-активное вещество А1-4		3 100	2,9	сравнение
CS5	Анионное поверхностно-активное вещество А1-5		6 200	0,7	сравнение

г) Испытания на смешиваемость.

Чтобы смоделировать приготовление баковой смеси сельскохозяйственным работником, 0,7 г каждой из указанных выше препаративных форм CS1- CS5 диспергировали в 100 мл стандартной воды СІ-РАС D (СІРАС -Международный совместный аналитический совет по пестицидам), затем добавляли 2,1 мл гербицида Roundup Powermax II, встряхивали и выдерживали смесь на протяжении 24 ч. После этого жидкость выливали на сито с размером ячеек 150 мкм и остаток, оставшийся на сите, оценивали визуально.

Капсулированная препаративная форма	Остатки на сите	Закключение
CS1	следовые количества	смешиваемая с глифосатом, пригодна
CS2	нет	смешиваемая с глифосатом, пригодна
CS3	следовые количества	смешиваемая с глифосатом, пригодна
CS4	большой остаток	несмешиваемая с глифосатом, не пригодна
CS5	большой остаток	несмешиваемая с глифосатом, не пригодна

д) Окончательное подтверждение смешиваемости.

Капсулированная препаративная форма CS6.

Для получения препаративной формы сафлуфенацила CS6, к 700 г предварительно приготовленной смеси капсул, описанной в пункте б), добавляли 1,6 г Биоцида 2, 0,6 г Биоцида 3, 0,8 г Биоцида 1, 4,2 г Противовспенивающего вещества 2, 25 г Неионного поверхностно-активного вещества 2, 50 г Анионного поверхностно-активного вещества А1-3, 2,5 г ксантановой камеди, 35 г аммоний ацетата, 24 г 25%-ного водного аммиака, и 260 г воды.

Препаративную форму CS6 диспергировали в 100 г стандартной воды СІРАС D, и тестируемые добавки добавляли в соответствии с приведенной далее таблицей, затем водные суспензии могли выдерживать на протяжении 2 ч и в конце выливали на сито с размером ячеек 150 мкм. Как и в предыдущем примере, остаток, оставшийся на сите, оценивали визуально.

Опыт	CS6 [г]	Добавка 1	[г]	Добавка 2	[г]	Остаток на сите
1	0,7	Гербицид Roundup Powermax II	3,2	-	-	следовые количества
2	0,7	Гербицид Roundup Powermax II	3,2	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	следовые количества
3	0,7	Гербицид Engenia	1,2	-	-	следовые количества
4	0,7	Гербицид Engenia	1,2	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	нет
5	1,0	Гербицид Roundup WeatherMAX	3,2	-	-	нет
6	1,0	Гербицид Roundup WeatherMAX	3,2	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	нет
7	1,0	Гербицид Honcho plus	4,1	-	-	нет
8	1,0	Гербицид Honcho plus	4,1	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	нет

е) Капсулированная препаративная форма CS7.

Для получения препаративной формы сафлуфенацила CS7, к 700 г предварительно приготовленной смеси капсул, описанной в пункте б), добавляли 1,6 г Биоцида 2, 0,6 г Биоцида 3, 0,8 г Биоцида 1, 4,2 г Противовспенивающего вещества 2, 25 г Неионного поверхностно-активного вещества 1, 50 г Анионного поверхностно-активного вещества А1-2, 2,5 г ксантановой камеди, 35 г аммоний ацетата, 24 г 25%-ного водного аммиака и 260 г воды.

Препаративную форму CS7 диспергировали в 100 г стандартной воды СІРАС D и тестируемые добавки добавляли в соответствии с приведенной далее таблицей, затем водные суспензии могли выдерживать на протяжении 2 ч, и в конце выливали на сито с размером ячеек 150 мкм. Как и в предыдущем примере, остаток, оставшийся на сите, оценивали визуально.

Опыт	CS7 [г]	Добавка 1	[г]	Добавка 2	[г]	Остаток на сите
1	0,7	Гербицид Roundup Powermax II	3,2	-	-	нет
2	0,7	Гербицид Roundup Powermax II	3,2	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	следовые количества
3	0,7	Гербицид Engenia	1,2	-	-	следовые количества
4	0,7	Гербицид Engenia	1,2	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	нет
5	1,0	Гербицид Roundup WeatherMAX	3,2	-	-	нет
6	1,0	Гербицид Roundup WeatherMAX	3,2	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	нет
7	1,0	Гербицид Honcho plus	4,1	-	-	следовые количества
8	1,0	Гербицид Honcho plus	4,1	Адъювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	следовые количества

ж) Капсулированная препаративная форма CS8.

Для получения препаративной формы сафлуфенацила CS8, к 700 г предварительно приготовленной смеси капсул, описанной в пункте б), добавляли 1,6 г Биоцида 2, 0,6 г Биоцида 3, 0,8 г Биоцида 1, 4,2 г Противовспенивающего вещества 2, 25 г Неионного поверхностно-активного вещества 2, 50 г Анионного поверхностно-активного вещества А1-1, 2,5 г ксантановой камеди, 35 г аммоний ацетата, 24 г 25%-ного водного аммиака и 260 г воды.

Препаративную форму CS8 диспергировали в 100 г стандартной воды СІРАС D и тестируемые добавки добавляли в соответствии с приведенной далее таблицей, затем водные суспензии могли выдерживать на протяжении 2 ч и в конце выливали на сито с размером ячеек 150 мкм. Как и в предыдущем примере, остаток, оставшийся на сите, оценивали визуально.

Опыт	CS8 [г]	Добавка 1	[г]	Добавка 2	[г]	Остаток на сите
1	0,7	Гербицид Roundup Powermax II	3,2	-	-	следовые количества
2	0,7	Гербицид Roundup Powermax II	3,2	Адьювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	следовые количества
3	0,7	Гербицид Engenia	1,2	-	-	нет
4	0,7	Гербицид Engenia	1,2	Адьювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	следовые количества
5	1,0	Гербицид Roundup WeatherMAX	3,2	-	-	нет
6	1,0	Гербицид Roundup WeatherMAX	3,2	Адьювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	следовые количества
7	1,0	Гербицид Honcho plus	4,1	-	-	следовые количества
8	1,0	Гербицид Honcho plus	4,1	Адьювант 1 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,9 1,0	следовые количества

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Гербицидная композиция микрочастиц, содержащая сафлуфенацил, причем сафлуфенацил присутствует в виде микрочастиц, которые содержат твердый сафлуфенацил, который окружен аминокластическим полимером или заключен в него, причем указанный аминокластический полимер представляет собой продукт поликонденсации одного или нескольких аминосоединений и одного или нескольких альдегидов, и дополнительно содержащая по меньшей мере одну сульфоновую кислоту А на основе лигнина, причем указанная лигносульфовая кислота А имеет среднюю молярную массу MW, составляющую по меньшей мере 10000 Да, и степень сульфирования от 1,0 до 2,5 моль на килограмм указанной лигносульфоновой кислоты А и причем аминокластический полимер выбирают из группы, состоящей из меламина-формальдегидных смол и мочевино-формальдегидных смол и их смесей.

2. Композиция по п.1, где указанную по меньшей мере одну сульфоновую кислоту А на основе лигнина выбирают из группы, состоящей из лигносульфоновой кислоты и этоксилированной лигносульфоновой кислоты.

3. Композиция по одному из п.1 или 2, дополнительно содержащая по меньшей мере одно анионное поверхностно-активное вещество А2, причем анионное поверхностно-активное вещество А2 представляет собой гомо- или сополимеры моноэтиленненасыщенных мономеров М1, имеющих группу сульфоновой кислоты, необязательно с одним или несколькими сомономерами М2, которые отличаются от мономеров М1.

4. Композиция по одному из п.1 или 2, дополнительно содержащая алкилсульфат, такой как лаурилсульфат.

5. Композиция по одному из пп.1-4, где аминокластический полимер представляет собой меламина-формальдегидную смолу.

6. Композиция по одному из пп.1-5, где количество аминокластического полимера в композиции микрочастиц составляет от 0,5 до 40 мас.%, предпочтительно от 1 до 35 мас.% и, в частности, от 5 до 25 мас.% из расчета общей массы аминокластического полимера и сафлуфенацила.

7. Композиция по одному из пп.1-6, где микрочастицы имеют средневзвешенный диаметр частиц d<sub>50</sub>, находящийся в диапазоне от 1 до 25 мкм, как определено с помощью динамического рассеяния света водной дисперсии микрокапсул.

8. Композиция по одному из пп.1-7, где микрочастицы содержат менее 10 мас.% частиц, которые имеют диаметр частицы, составляющий более 50 мкм, как определено с помощью динамического рассеяния света водной дисперсии микрокапсул.

9. Композиция по одному из пп.1-8, которая представляет собой водную суспензию микрочастиц.

10. Композиция по одному из пп.1-8, которая представляет собой твердую композицию микрочастиц.

11. Композиция по одному из пп.1-10, которая содержит одно или несколько вспомогательных веществ, обычно применяемых для препаративной формы композиций для защиты растений.

12. Способ получения композиции по одному из пп.1-11, который включает следующие стадии:

I) обеспечение водной суспензии или дисперсии твердых частиц сафлуфенацила;

II) добавление к водной суспензии аминокластического преконденсата, причем аминокластический преконденсат выбирают из группы, состоящей из меламина-формальдегидных преконденсатов и мочевино-формальдегидных преконденсатов;

III) осуществление поликонденсации аминокластического преконденсата, который дополнительно включает добавление лигносульфоновой кислоты А, имеющей среднюю молярную массу MW, составляющую по меньшей мере 10000 Да, и степень сульфирования от 1,0 до 2,5 моль на килограмм, где добавление проводят после стадии I), после стадии II) и/или после стадии III).

13. Способ по п.12, где частицы сафлуфенацила в водной суспензии или дисперсии имеют средневзвешенный диаметр частиц  $d_{50}$ , находящийся в диапазоне от 0,5 до 25 мкм, как определено с помощью динамического рассеяния света.

14. Применение композиции микрочастиц по одному из пп.1-11 для борьбы с нежелательной растительностью.

15. Способ борьбы с нежелательной растительностью, включающий в себя нанесение композиции микрочастиц по одному из пп.1-11 на растения, их окружающую среду и/или на семена и предоставление возможности композиции воздействовать на указанные растения, их окружающую среду и/или на семена.

