



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **122400** (13) **C2**
(51) МПК (2020.01)
C05C 11/00
C05G 3/90 (2020.01)
C05G 3/60 (2020.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2017 06470	(72) Винахідник(и):	Дейв Гітешкумар (US), Лю Лей (US), Баучер Реймонд Е. Мол. (US), Пауелз Греґ (US), Вілльямз Алекс (US), Тудик Міріам (US), Лоуган Мартин С. (US), Джен Майні (US)
(22) Дата подання заявки:	23.12.2015	(73) Володілець (володільці):	ДАУ АГРОСАЕНСИЗ ЕЛЕЛСІ, 9330 Zionsville Road, Indianapolis, IN 46268, United States of America (US)
(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності:	11.11.2020	(74) Представник:	Бочаров Максим Анатолійович, реєстр. №367
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	62/098,974	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	US 4808206 A, 28.02.1989 US 2008/0176745 A1, 24.07.2008 US 2011/0045975 A1, 24.02.2011 US 2011/0301036 A1, 08.12.2011
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	31.12.2014		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	US		
(41) Публікація відомостей про заявку:	10.10.2017, Бюл.№ 19		
(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію:	10.11.2020, Бюл.№ 21		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	PCT/US2015/000217, 23.12.2015		

(54) МІКРОІНКАПСУЛЬОВАНА КОМПОЗИЦІЯ ІНГІБІТОРІВ НІТРИФІКАЦІЇ ТА СПОСІБ ЇЇ ОДЕРЖАННЯ

(57) Реферат:

Винахід стосується удосконаленої композиції інгібітору нітрифікації та її використання в сільському господарстві. Заявлено склад суспензії мікрокапсул, який містить: (а) суспендовану фазу множини мікрокапсул, які мають медіанний розмір по об'єму частинки від 1 до 10 мкм, де мікрокапсули містять: (1) стінку мікрокапсули, (2) щонайменше одну органічну інгібуючу нітрифікацію сполуку, інкапсульовану в оболонку з полісечовини, причому щонайменше одна органічна інгібуюча нітрифікація сполука не розчиняється в органічному розчиннику; (3) щонайменше одну полімерну ультрагідрофобну сполуку, інкапсульовану в оболонку з полісечовини; і (b) водну фазу, яка містить гідрофобну добавку інгібітора кристалів та спосіб одержання складу суспензії мікрокапсул.

UA 122400 C2

ПЕРЕХРЕСНЕ ПОСИЛАННЯ НА ЗВ'ЯЗАНУ ЗАЯВКУ

[0001] За даною заявкою заявляють пріоритет попередньої патентної заявки США із серійним № 62/098,974, поданої 31 грудня 2014 року, розкриття якої даним у явній формі в повному обсязі включено в даний документ за допомогою посилання.

ГАЛУЗЬ ВІНАХОДУ

[0002] Даний винахід стосується удосконалених композицій інгібіторів нітрифікації, способів їхнього одержання і їхнього використанню в сільськогосподарських застосуваннях.

ПЕРЕДУМОВИ І КОРОТКИЙ ВИКЛАД

[0003] Азотне добриво, яке додається в ґрунт, без зусиль проходить перетворення через множинну небажаних біологічних і хімічних процесів, включаючи нітрифікацію, промивання і випаровування. Багато процесів перетворення знижують рівень азоту, доступного для захоплення цільовою рослиною. Одним таким процесом є нітрифікація, процес, за допомогою якого певні широко поширені ґрунтові бактерії метаболізують амонійну форму азоту в ґрунті, перетворюючи азот у нітритну і нітратну форми, які більш сприйнятливі до втрати азоту через промивання або зникнення через денітрифікацію.

[0004] Зниження доступного азоту через нітрифікацію змушує додавати більше добрива, багатого на азот, щоб компенсувати втрату сільськогосподарсько активного азоту, доступного для рослин. Ці проблеми підсилюють потребу в удосконаленому керуванні азотом для того, щоб знижувати витрати, пов'язані з використанням додаткового азотного добрива.

[0005] Способи зниження нітрифікації включають обробку ґрунту сільськогосподарсько активними сполуками, які інгібують або щонайменше знижують метаболічну активність щонайменше деяких мікробів у ґрунті, які беруть участь у нітрифікації. Ці сполуки включають (трихлорметил)піридини, такі як нітрапирин, що використовують як інгібітори нітрифікації в комбінації з добривами, як описано в патенті США № 3135594, опис якого включений в даний документ за допомогою посилання в повному обсязі. Ці сполуки допомагають підтримувати сільськогосподарсько-внесений амонійний азот в амонійній формі (стабілізований азот), тим самим підсилюючи ріст рослин і врожайність сільськогосподарських культур. Ці сполуки ефективно використовують з множиною рослинних сільськогосподарських культур, включаючи кукурудзу, сорго і пшеницю.

[0006] Сполуки, такі як нітрапирин, нестабільні в ґрунті, почасти, тому, що вони дуже леткі. Наприклад, нітрапирин має відносно високий тиск пари ($2,8 \times 10^{-3}$ мм рт. ст. при 23° Цельсія), і тому він має схильність звітруватися і його варто вносити негайно або з деяким захистом від швидкої втрати після обробки добрива нітрапирином. Один підхід полягає в тому, щоб додавати нітрапирин у летке добриво, а саме в безводний аміак, який варто додавати в ґрунт таким чином, який знижує кількість леткого активного засобу, що втрачається в атмосфері. Цей спосіб має таку проблему, що він вимагає використання безводного аміаку, який є корозійноактивною речовиною і його потрібно впорскувати в ґрунт. Цей спосіб застосування нітрапирину, хоча він і стабілізує нітрапирин під поверхнею ґрунту, не є переважним. Цей спосіб не підходить для багатьох інших типів добрив і їхніх стандартних способів внесення, таких як сухі гранули добрива, що найбільше часто розкидають по поверхні ґрунту.

[0007] Інші підходи для того, щоб стабілізувати нітрапирин і знижувати його втрату в атмосферу, включають внесення його на поверхню ґрунту і потім механічне впровадження в ґрунт або внесення усередину ґрунту з поливом у цілому в межах 8 годин після його внесення для того, щоб знижувати його втрату в атмосферу. Інший підхід полягає в тому, щоб інкапсулювати нітрапирин для швидкого або лавинного вивільнення. Такі інкапсульовані форми нітрапирину сформульовані з використанням лігнінсульфонатів, як розкрито в патенті США № 4746513, опис якого включений в даний документ за допомогою посилання в повному обсязі. Хоча ці склади менш леткі, ніж простий нітрапирин, ці склади краще підходять для використання з рідкими добривами із сечовини і нітрату амонію ("UAN") або рідкими гнойовими добривами, ніж для використання в сухих добривах. Незважаючи на те, що вивільнення нітрапирину затримують за допомогою інкапсуляції, капсули вивільняють весь нітрапирин при контакті з вологою, виявляючи ті ж недоліки стабільності і леткості в способах з попередньої заявки.

[0008] Інший підхід до стабілізації нітрапирину включає поліконденсаційну інкапсуляцію. Додаткову інформацію відносно цього підходу можна знайти в патенті США № 5925464, опис якого включений в даний документ за допомогою посилання в повному обсязі. Деякі з цих складів збільшують безпеку при поводженні і стабільність при зберіганні нітрапирину з використанням поліуретану замість полісечовини для того, щоб формувати щонайменше частину оболонки капсули.

[0009] У деяких випадках мікроінкапсуляцію в полісечовині використовують для того, щоб одержувати поліпшені композиції інгібіторів нітрифікації для відстроченого рівномірного

вивільнення інгібіторів нітрифікації для внесення з добривами. Такі інкапсульовані форми нітрапірину розкриті в патенті США № 8377849 і патенті США № 8741805, описи яких включені в даний документ за допомогою посилання в повному обсязі.

5 [0010] Зберігається потреба доставляти інгібітори нітрифікації, такі як, наприклад, (трихлорметил)піридини, які мають більш тривалу стабільність в польових умовах, при цьому зберігаючи рівень ефекту неінкапсульованих інгібіторів.

10 [0011] Хоча водні суспензії мікрокапсул (також відомі як суспензії або капсул "CS") мікроінкапсульованого нітрапірину, що згадають вище, більш стабільні, ніж неінкапсульований нітрапирин у водному розчині за певних умов, відповідно до спостережень, кристали нітрапірину можуть формуватися у водній фазі мікросуспензії капсул нітрапірину. Формування кристалічного нітрапірину у водній суспензії мікрокапсул нітрапірину, очевидно, сприятливо протікає у вузькому температурному діапазоні приблизно від -5 °C приблизно до 15 °C, більш конкретно приблизно від 0 °C приблизно до 10 °C (градусів Цельсія). Масова частка кристалічного нітрапірину в об'ємній водній фазі суспензії мікрокапсул накопичується з часом. Залежно від того, як поводитися з мікросуспензіями капсул, присутність рівнів, що піддаються вимірюванню, кристалічного нітрапірину у водній фазі може мати невеликі або нульові наслідки або проблеми. Присутність кристалічного нітрапірину навіть приблизно 0,1 відсотка по масі або вище у водній фазі суспензії мікрокапсул може бути особливо проблематичною, якщо суспензію наносять за допомогою розпилення суспензії через дрібне точкове сопло з використанням розпилювача, що містить убудовані сітки.

20 [0012] Додатково, певні комерційні варіанти здійснення мікроінкапсульованих у полісечовині інгібіторів нітрифікації, наприклад, таких як Instinct® або Entrench® (комерційні варіанти здійснення, які продаються Dow AgroSciences LLC), обмежені кількістю активного інгредієнта (інгібітору нітрифікації), яку можна мікроінкапсулювати і суспендувати у водній фазі без кристалізації активного інгредієнта у водній фазі. Наприклад, у деяких варіантах здійснення Instinct® і Entrench® містять активний інгредієнт (нітрапирин) приблизно від 17 % приблизно до 25 18 % по масі. Кристалізація активного інгредієнта у водній фазі обмежена підвищеними рівнями активного інгредієнта в цих водних суспензіях капсул. Деякі комерційні склади суспензій капсул нітрапірину мають навантаження активним засобом 200 г/л, верхня межа навантаження обмежена розчинністю нітрапірину в розчиннику.

[0013] У деяких з патентоспроможних варіантів здійснення за даним розкриттям розчинник не потрібен для того, щоб розчиняти нітрапирин (і/або інший активний інгредієнт) у ліпофільній фазі. У деяких варіантах здійснення розкриті стабільні водні склади суспензій капсул з навантаженням нітрапіринів аж до 300 г/л, без проблем із кристалізацією.

35 [0014] Деякі аспекти даного розкриття включають композиції, які відвертають і/або знижують проблеми формування кристалів, що спостерігаються в комерційно доступних у даний час складах нітрапірину, що містять суспензії капсул. Формування кристалів у інгібуючих нітрифікацію композиціях може викликати проблеми, включаючи блокування фільтра під час внесення розпиленням у полі. У деяких випадках, кристали, які формуються в рідкій фазі суспензії капсул, являють собою кристали високої чистоти, що містять по суті чистий органічний інгібітор нітрифікації, такий як, наприклад, нітрапирин. У деяких випадках, кристали нітрапірину високої чистоти (99 % мас.) формуються в комерційних складах, доступних у даний час. Формування кристалів, у деяких випадках, залежить від температури складу при зберіганні, навантаженні і/або транспортуванні складів.

45 [0015] У деяких варіантах здійснення складів суспензій мікрокапсул за даним розкриттям представлені стабільні високонавантажені сільськогосподарські рідкі склади, які містять водні мікросуспензії капсул, що містять низькоплавкі активні інгредієнти. У деяких варіантах здійснення склади суспензій мікрокапсул одержують без використання органічного розчинника для того, щоб розчиняти активний засіб з низькою температурою плавлення, такий як, наприклад, інгібітор нітрифікації, такий як нітрапирин, і необов'язково можна використовувати невеликі кількості полімерного ультрагідрофобного засобу для того, щоб одержувати мікрокапсули. У деяких варіантах здійснення складу суспензії мікрокапсул може містити гідрофобну добавку інгібітору кристалів для того, щоб запобігати або інгібувати формування або ріст кристалів нітрапірину. У деяких варіантах здійснення склади забезпечують переважаючу фізичну, хімічну і/або кристалізаційну стабільність при зберіганні і прийнятні атрибути леткості і інгібування нітрифікації при внесенні в ґрунт.

50 [0016] У деяких варіантах здійснення складів суспензій мікрокапсул, описаних у даному документі, наступне додавання (тобто після формування мікрокапсул) гідрофобної добавки інгібітору кристалів у водну фазу знижує швидкість формування і/або росту кристалів у водній фазі в умовах зберігання при певних температурах. В одному з варіантів здійснення наступне

додавання однієї або декількох гідрофобних добавок інгібіторів кристалів забезпечує переважаче зниження росту кристалів в умовах зберігання при низьких температурах. В одному зразковому варіанті здійснення наступне додавання гідрофобної добавки інгібітору кристалів, що являє собою ароматичний розчинник, який містить щонайменше одне масло, присутнє у водній фазі складу після формування мікрокапсул. Термін "масло" у даному документі описує органічні розчинники, які у цілому не змішуються з водою.

[0017] У деяких варіантах здійснення складу суспензій мікрокапсул, що вже містять кристали нітрапірину і не містять гідрофобну добавку інгібітору кристалів у водній фазі, можна обробляти однією або декількома гідрофобними добавками інгібітору кристалів за допомогою додавання у водну фазу, і одержувану суміш можна перемішувати при температурі навколишнього середовища протягом визначеного часу, можливо від 30 хвилин до 5 годин на підставі загального об'єму суспензії мікрокапсул, поки не зникають кристали нітрапірину і/або інший кристалізований органічний інгібітор нітрапірину.

[0018] Дане розкриття отже передбачає композиції і способи для того, щоб запобігати і/або знижувати кристали і формування кристалів у стабільних високонавантажених сільськогосподарських композицій активних засобів, що містять органічні інгібітори нітрифікації, такі як нітрапирин. У деяких варіантах здійснення додавання гідрофобних добавок інгібітору кристалів запобігає і/або знижує кристали і формування кристалів у суспензіях капсул мікроінкапсульованого нітрапірину. У деяких варіантах здійснення гідрофобні добавки інгібітору кристалів забезпечують переважачу фізичну стабільність при тестуванні стабільності приблизно при 10 °C.

[0019] У певних варіантах здійснення гідрофобні добавки інгібітору кристалів за даним розкриттям можна вносити в яку-небудь сільськогосподарську композицію активного засобу, що містить один або кілька розчинників, один або кілька сільськогосподарських активних інгредієнтів і/або один або кілька інгібіторів нітрифікації, необов'язково нітрапирин.

[0020] У певних варіантах здійснення під час відсутності додавання однієї або декількох гідрофобних добавок інгібітору кристалів у водну фазу, у складах суспензій мікрокапсул за даною заявкою може відбуватися формування кристалів нітрапірину у водній фазі при низьких температурах зберігання приблизно 10 °C. Ці кристали нітрапірину можуть мати чистоту приблизно 99 %. З часом, такі кристали можуть складати аж до 0,5 відсотка по масі від загального складу суспензії мікрокапсул. Формування кристалів також може відбуватися при інших температурах, таких як 0°C, -5°C і 15°C. Гідрофобні добавки інгібітору кристалів на основі розчинника, такого як ароматичні розчинники і сполуки складних ефірів, можуть підвищувати фізичну стабільність складів суспензій мікрокапсул, зокрема, при помірно низьких температурах зберігання приблизно 10°C, запобігаючи або щонайменше знижуючи формування кристалів у водній фазі суспензії мікрокапсул.

[0021] Як ілюстрація, ароматичні розчинники, додані згодом, які використовують як гідрофобні добавки інгібітору кристалів, включають: Aromatic 100 Fluid, також відомий як лігроїновий розчинник або лігроїн з легкими ароматичними сполуками; Aromatic 150 Fluid, також відомий як лігроїновий розчинник, лігроїн з важкими ароматичними сполуками, лігроїн типу II з ароматичними сполуками з високою температурою спалаху, лігроїновий розчинник з важкими ароматичними сполуками, вуглеводні, C₁₀ ароматичні сполуки, >1 % нафталіну, A150, S150 (Solvesso 150); і Aromatic 200 Fluid, також відомий як лігроїновий розчинник, лігроїн з важкими ароматичними сполуками, лігроїн типу II з ароматичними сполуками з високою температурою спалаху, лігроїновий розчинник з важкими ароматичними сполуками, вуглеводні, C₁₀₋₁₃ ароматичні сполуки, >1 % нафталіну, A200 і S200 (Solvesso 200).

[0022] Ароматичні розчинники, використовувані в деяких варіантах здійснення являють собою розчинники з низьким вмістом нафталіну ("ND") або містять менше ніж приблизно 1 % нафталіну. Зазначені розчинники можна додавати до складу суспензії мікрокапсул перед формуванням кристалів як попереджувальну або міру додавати до складу суспензії мікрокапсул після формування кристалів як попереджувальну міру для того, щоб видаляти кристали або знижувати їхню присутність.

[0023] Сполуки складних ефірів, використовувані в деяких варіантах здійснення як гідрофобні добавки інгібітору кристалів, включають: 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутират.

[0024] Додатково, складу суспензій мікрокапсул за даним розкриттям можна комбінувати або використовувати в сполученні з пестицидами, включаючи артроподициди, бактерицидні засоби, фунгіциди, гербіциди, інсектициди, майтициди, нематоциди, інгібітори нітрифікації, такі як диціандіамід, інгібітори уреаз, такі як N-(н-бутил) тіофосфорний триамід і т. п., або пестицидними сумішами і їхній синергічними сумішами. У таких додатках складу суспензії

мікрокапсул за даним розкриттям можна змішувати в баку з бажаним пестицидом(пестицидами) або їх можна вносити послідовно.

[0025] У першому варіанті здійснення розкритий склад суспензії мікрокапсул, який містить: (а) суспендовану фазу з множини мікрокапсул, які мають медіанний розмір по об'єму частинки приблизно від 1 до 10 мкм, де мікрокапсули містять: (1) стінку мікрокапсули, отриману за допомогою суміжної реакції поліконденсації між полімерним ізоціанатом і поліаміном для того, щоб формувати оболонку з полісечовини; (2) щонайменше одну органічну інгібуючу нітрифікацію сполуку, інкапсульовану в оболонку з полісечовини; (3) щонайменше одну полімерну ультрагідрофобну сполуку, інкапсульовану в оболонку з полісечовини; і (b) водну фазу.

[0026] У другому варіанті здійснення водна фаза складу суспензії мікрокапсул по першому варіанту здійснення додатково містить щонайменше один додатковий інгредієнт, вибраний із групи, яка складається з: гідрофобної добавки інгібітору кристалів, дисперсанта, неіонного полімерного поверхнево-активного засобу, протиспінювача, біоциду і їхніх сумішей.

[0027] У третьому варіанті здійснення мікрокапсули за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містять 2-хлор-6-(трихлорметил)піридин.

[0028] У четвертому варіанті здійснення склад за будь-яким з попередніх варіантів здійснення додатково містить сільськогосподарський активний інгредієнт, вибраний з групи, яка складається з: артроподицидів, бактерицидних засобів, фунгіцидів, гербіцидів, інсектицидів, майтицидів, нематоцидів, добрив, диціандіаміду, інгібіторів уреаз і пестицидних сумішей і їхній синергічних сумішей.

[0029] У п'ятому варіанті здійснення склад за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 25 відсотками по масі і приблизно 35 відсотками по масі 2-хлор-6-(трихлорметил)піридину.

[0030] У шостому варіанті здійснення склад за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 0,1 відсотком по масі і приблизно 2,00 відсотками по масі щонайменше однієї полімерної ультрагідрофобної сполуки.

[0031] У сьомому варіанті здійснення мікрокапсули за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містять полібутен.

[0032] У восьмому варіанті здійснення водна фаза складу суспензії мікрокапсул за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 1,0 відсотком по масі і приблизно 4,0 відсотками по масі гідрофобної добавки інгібітору кристалів.

[0033] У дев'ятому варіанті здійснення гідрофобна добавка інгібітору кристалів за будь-яким з попередніх варіантів здійснення являє собою щонайменше одну сполуку, вибрану з групи, яка складається з: ароматичних розчинників, таких як, наприклад, важкі ароматичні сполуки з низьким вмістом нафталіну і сполуки складних ефірів, такі як, наприклад, 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутират і їхні суміші.

[0034] У десятому варіанті здійснення водна фаза складу суспензії мікрокапсул за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 1,0 відсотком по масі і приблизно 10 відсотками по масі неіонного полімерного поверхнево-активного засобу.

[0035] В одинадцятому варіанті здійснення неіонний полімерний поверхнево-активний засіб за будь-яким з попередніх варіантів здійснення являє собою полівініловий спирт.

[0036] У дванадцятому варіанті здійснення водна фаза складу суспензії мікрокапсул за будь-яким з попередніх варіантів здійснення включає щонайменше одну добавку, вибрану з групи, яка складається з: модифікованого стирол-акрилового полімерного поверхнево-активного засобу, водної емульсії полідиметилсилоксанового концентрату, ксантанової камеді, мікрокристалічної целюлози, карбоксиметилцелюлози натрію, пропіленгліколю, біоциду і їхніх сумішей.

[0037] У тринадцятому варіанті здійснення склад за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 40 відсотками по масі і приблизно 70 відсотками по масі водної фази.

[0038] У чотирнадцятому варіанті здійснення розкритий спосіб одержання складу суспензії мікрокапсул, який включає стадії: (а) одержання ліпофільної фази, що містить щонайменше один ліпофільний ізоціанат і щонайменше один полімерний ультрагідрофобний засіб за допомогою змішування зазначеного щонайменше одного ліпофільного ізоціанату і щонайменше одного полімерного ультрагідрофобного засобу зі щонайменше однією розплавленою низькоплавкою органічною інгібуючою нітрифікацією сполукою; (b) одержання водної фази за допомогою розчинення і змішування в воді щонайменше однієї добавки, вибраної з групи, яка складається з: дисперсантів, неіонних полімерних поверхнево-активних засобів, протиспінювачів, біоцидів і їхніх сумішей; (c) об'єднання ліпофільної фази і водної фази для

того, щоб формувати емульсію "масло-у-воді"; і (d) об'єднання емульсії "масло-у-воді" з розчином щонайменше одного поліаміну у воді для того, щоб створювати мікрокапсули.

[0039] У п'ятнадцятому варіанті здійснення, ліпофільна фаза за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить 2-хлор-6-(трихлорметил)піридин.

5 [0040] У шістнадцятому варіанті здійснення ліпофільна фаза за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 75 відсотками по масі і приблизно 90 відсотками по масі 2-хлор-6-(трихлорметил)піридину.

[0041] У сімнадцятому варіанті здійснення ліпофільна фаза за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 0,1 відсотком по масі і приблизно 3,00 відсотками по масі щонайменше однієї полімерної ультрагідрофобної сполуки.

10 [0042] У вісімнадцятому варіанті здійснення ліпофільна фаза за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить полібутен.

[0043] У дев'ятнадцятому варіанті здійснення спосіб за будь-яким з попередніх варіантів здійснення додатково включає стадію: додавання щонайменше однієї добавки, вибраної з групи, яка складається з: дисперсантів, протиспінювачів, біоцидів, водної емульсії полідиметилсилоксанового концентрату, ксантанової камеді, мікрокристалічної целюлози, карбоксиметилцелюлози натрію, добавки антифризу, вибраної зі щонайменше одного з етиленгліколю, пропіленгліколю або гліцерину, гідрофобної добавки інгібітору кристалів і їхніх сумішей, після стадії об'єднання емульсії "масло-у-воді" з розчином щонайменше одного поліаміну у воді для того, щоб створювати мікрокапсули. Спосіб за будь-яким з попередніх варіантів здійснення також може додатково містити стадію додавання щонайменше однієї добавки, вибраної з групи, яка складається з: гідрофобної добавки інгібітору кристалів, дисперсанта, протиспінювача, біоциду і їхніх сумішей після стадії об'єднання емульсії "масло-у-воді" з розчином щонайменше одного поліаміну у воді для того, щоб створювати мікрокапсули, що формують водну суспензію мікрокапсул.

20 [0044] У двадцятому варіанті здійснення кінцева суспензія мікрокапсул за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 1,0 відсотком по масі і приблизно 4,0 відсотками по масі щонайменше однієї гідрофобної добавки інгібітору кристалів.

[0045] У двадцять першому варіанті здійснення гідрофобна добавка інгібітору кристалів за будь-яким з попередніх варіантів здійснення являє собою щонайменше одну сполуку, вибрану з групи, яка складається з: ароматичних розчинників, 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутирату і їхніх сумішей.

30 [0046] У двадцять другому варіанті здійснення водна фаза за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 1,0 відсотком по масі і приблизно 10 відсотками по масі неіонного полімерного поверхнево-активного засобу.

[0047] У двадцять третьому варіанті здійснення неіонний полімерний поверхнево-активний засіб за будь-яким з попередніх варіантів здійснення являє собою полівініловий спирт.

[0048] У двадцять четвертому варіанті здійснення кінцева суспензія мікрокапсул або водна фаза за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить щонайменше одну добавку, вибрану з групи, яка складається з: модифікованого стирол-акрилового полімерного поверхнево-активного засобу, водної емульсії полідиметилсилоксанового концентрату, ксантанової камеді, мікрокристалічної целюлози, карбоксиметилцелюлози натрію, пропіленгліколю і їхніх сумішей.

40 [0049] У двадцять п'ятому варіанті здійснення водна фаза за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить щонайменше одну добавку, вибрану з групи, яка складається з: модифікованого стирол-акрилового полімерного поверхнево-активного засобу, неіонного полімеру, водної емульсії полідиметилсилоксанового концентрату, ксантанової камеді, мікрокристалічної целюлози, карбоксиметилцелюлози натрію і їхніх сумішей.

45 [0050] У двадцять шостому варіанті здійснення склад за будь-яким з попередніх варіантів здійснення містить між приблизно 40 відсотками по масі і приблизно 70 відсотками по масі водної фази.

[0051] У двадцять сьомому варіанті здійснення, спосіб за будь-яким з попередніх варіантів здійснення додатково містить стадію: контролю температури емульсії "масло-у-воді" при змішуванні ліпофільної і водної фаз для одержання масляних глобул бажаного розміру.

50 [0052] У двадцять восьмому варіанті здійснення спосіб за будь-яким з попередніх варіантів здійснення додатково включає стадію додавання до складу сільськогосподарського активного інгредієнта, вибраного з групи, яка складається з: пестицидів, артроподицидів, бактерицидних засобів, фунгіцидів, гербіцидів, інсектицидів, майтицидів, нематоцидів, добрив, диціандіаміду, інгібіторів уреаз і пестицидних сумішей і їхній синергічних сумішей.

60 ДЕТАЛЬНИЙ ОПИС

[0053] Сполуки (трихлорметил)піридину, які можна використовувати в композиції за даним розкриттям, включають сполуки, які мають піридинове кільце, яке заміщене щонайменше однією трихлорметильною групою, і їхні солі неорганічних кислот. Придатні сполуки включають ті, які містять замісники хлор або метил на піридиновому кільці на додаток до трихлорметильної групи, і включають продукти хлорування метилпіридинів, таких як лутидин, колідин і піколін. Придатні солі включають гідрохлориди, нітрати, сульфати і фосфати. Сполуки (трихлорметил)піридину, які можна використовувати при практичному здійсненні за даним розкриттям, типово являють собою масляні рідини або кристалічні тверді речовини, розчинені в розчиннику. Інші придатні сполуки описані в патенті США № 3135594. Переважним (трихлорметил)піридином є 2-хлор-6-(трихлорметил)піридин, також відомий як нітрапірин, і активний інгредієнт продукту N-SERVE™ (торгова марка Dow AgroSciences LLC).

[0054] Корисність сполук, таких як нітрапірин, істотно збільшують за допомогою інкапсулювання таких сполук поряд із придатними розчинниками в мікрокапсулах. Зокрема, прийнятні мікрокапсули складаються із серцевини нітрапірину/гідрофобного розчинника, оточеного оболонкою з полісечовини. Мікрокапсули з придатним об'ємом, товщиною оболонки і композицією можна суспендувати, зберігати і вносити у водній фазі. Такі ефективні склади розкриті в патентній заявці США із серійним № 12/393,661, поданій 26 лютого 2009 року, публікації № U.S. 2009-0227458 A1, опублікованій 10 вересня 2009 року і на який зараз виданий патент США № 8741805, виданий 3 червня 2014 року; патентній заявці США із серійним № 12/009,432, поданій 18 січня 2008 року, публікації № U.S. 2008-0176745 A1, опублікованій 24 липня 2008 року і на який зараз виданий патент США № 8377849, виданий 19 лютого 2013 року; і попередній заявці США із серійним номером 60/881,680, поданій 22 січня 2007 року, усі вони в явній формі включені за допомогою посилання в даний документ у всій їхній повноті, як якби кожен включили за допомогою посилання індивідуально.

[0055] Хоча згадані вище водні суспензії мікрокапсул більш стабільні, ніж неінкапсульований нітрапірин у водному розчині за певних умов, відповідно до спостережень, кристали нітрапірину можуть формувати у водній фазі суспензії мікрокапсул нітрапірину. Формуванню кристалічного нітрапірину у водній суспензії мікрокапсул нітрапірину, очевидно, сприяє вузький температурний діапазон приблизно від -5 °C приблизно до 15 °C, більш конкретно приблизно від 0 °C до 10 °C (градусів Цельсія).

[0056] Масова частка кристалічного нітрапірину в об'ємній водній фазі суспензії мікрокапсул накопичується з часом. Залежно від поводження з мікросуспензією капсул, присутність рівнів кристалічного нітрапірину, що піддаються вимірюванню, у водній фазі може мати невеликі або нульові наслідки або проблеми. Присутність навіть приблизно 0,1 відсотка по масі кристалічного нітрапірину або вище у водній фазі суспензії мікрокапсул може бути особливо проблематичною, якщо суспензію вносять за допомогою розпилення суспензії через сопло з маленьким отвором з використанням розпилювача, що містить убудовані решітки.

[0057] Додатково, певні комерційні варіанти здійснення суспензії капсул мікроінкапсульованих у полісечовині інгібіторів нітрифікації, таких як, наприклад, Instinct® або Entrench® (комерційні продукти Dow AgroSciences LLC), обмежені кількістю активного інгредієнта (інгібітору нітрифікації), яку можна мікроінкапсулювати і суспендувати у водній фазі без кристалізації активного інгредієнта у водній фазі. Наприклад, у деяких варіантах здійснення Instinct® і Entrench® містять приблизно від 17 % приблизно до 18 % по масі активного інгредієнта (нітрапірину). Кристалізація активного інгредієнта у водній фазі обмежує використання підвищених рівнів активного інгредієнта в суспензіях капсул. Деякі комерційні склади суспензій капсул нітрапірину мають навантаження активним засобом 200 г/л, верхня межа навантаження обмежена розчинністю нітрапірину в гідрофобному розчиннику. У деяких варіантах здійснення за даним розкриттям не потрібний масляний/гідрофобний розчинник для того, щоб розчиняти нітрапірин (і/або інший активний інгредієнт) у ліпофільній фазі, і розкриті склади водних суспензій капсул стабільні аж до 300 г/л нітрапірину, без проблем із кристалізацією.

[0058] У деяких варіантах здійснення складів суспензій мікрокапсул за даним розкриттям представлені стабільні високонавантажені сільськогосподарські рідкі склади, що містять водні мікросуспензії капсул, які містять низькоплавкі активні інгредієнти. У деяких варіантах здійснення склади суспензій мікрокапсул одержують без використання органічного розчинника для того, щоб розчиняти сільськогосподарський активний засіб, такий як, наприклад, інгібітори нітрифікації, такі як нітрапірин, з використанням полімерного ультрагідрофобного засобу, який додають перед формуванням мікрокапсул і який в остаточному підсумку виявляється усередині мікрокапсули, неіонного полімеру і гідрофобної добавки інгібітору кристалів, що додають після у високонавантажену суспензію мікрокапсул. У деяких варіантах здійснення склади забезпечують

переважаючи фізичну, хімічну і кристалізаційну стабільність при зберіганні й атрибути прийнятної леткості і інгібування нітрифікації при внесенні в ґрунт.

[0059] Зразкові полімерні ультрагідрофобні засоби включають такий полібутен, як комерційно доступний у вигляді полібутену Indopol® марки: H-15 у INEOS Oligomers. Зразкові неіонні полімери включають, але не обмежуючись цим, полівінілові спирти ("PVA").

[0060] Зразкові гідрофобні добавки інгібітору кристалів (необов'язково внесені під час виготовлення і/або після виготовлення, "добавки інгібіторів кристалів наступного додавання") включають сполуки складних ефірів, такі як 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутират, комерційно доступний у вигляді UCAR® Filmer IBT (Dow Chemical; Midland, MI), і ароматичні розчинники, такі як: легкі ароматичні сполуки, легкі ароматичні сполуки з низьким вмістом нафталіну, важкі ароматичні сполуки і/або важкі ароматичні сполуки з низьким вмістом нафталіну, такі як, наприклад, Aromatic 200ND.

[0061] Зразкові гідрофобні добавки інгібітору кристалів містять ароматичні розчинники і сполуки складних ефірів. Гідрофобні добавки інгібітору кристалів за даним розкриттям можна додавати в суспензії капсул мікроінкапсульованого в полісечовині нітрапірину в якому-небудь діапазоні відсотків по масі, сформованому між якою-небудь більш низькою кількістю, включаючи приблизно від 0,01 % мас., 0,05 % мас., 0,10 % мас., 0,25 % мас., 0,50 % мас., 0,75 % мас. і приблизно 1,00 % мас., і якою-небудь більш високою кількістю, включаючи приблизно 10,00 % мас., 7,50 % мас., 5,00 % мас., 3,00 % мас., 2,50 % мас., 2,00 % мас. і приблизно 1,50 % мас.

[0062] У деяких варіантах здійснення ароматичні розчинники або сполуки складних ефірів за даним розкриттям можна додавати у водні суспензії капсул мікроінкапсульованого в полісечовині нітрапірину в якому-небудь діапазоні відсотків по масі, вибраному з групи, яка складається з: між приблизно 2,00 % мас. і приблизно 3,00 % мас., між приблизно 1,00 % мас. і приблизно 5,00 % мас., між приблизно 0,50 % мас. і приблизно 7,50 % мас. і між приблизно 0,01 % мас. і приблизно 10,00 % мас.

[0063] Широкий список типових розчинників і сполук, які можна використовувати для того, щоб розчиняти кристалічні сполуки (трихлорметил)піридину і, тим самим, використовувати як гідрофобні добавки інгібітору кристалів, включають ароматичні розчинники, зокрема, алкіл-заміщені бензоли, такі як фракції ксилолу або пропілбензолу, і змішані фракції нафталіну й алкілнафталіну; мінеральні олії; гас; діалкіламід жирних кислот, зокрема диметиламід жирних кислот, такі як диметиламід каприлової кислоти; хлоровані аліфатичні й ароматичні вуглеводні, такі як 1,1,1-трихлоретан і хлорбензол; складні ефіри гліколевих похідних, такі як ацетат простого н-бутилового, етилового або метилового ефіру діетиленгліколю й ацетат простого метилового ефіру дипропіленгліколю; сполуки складних ефірів, такі як 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутират, кетони, такі як ізофорон і триметилциклогексанон (дигідроізофорон); і ацетатні продукти, такі як гексил- або гептилацетат. Переважні розчинники і сполуки, які можна використовувати для того, щоб розчиняти кристалічні сполуки (трихлорметил)піридину, являють собою ксилол, алкіл-заміщені бензоли, такі як фракції пропілбензолу, фракції алкілнафталіну і 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутират.

[0064] Мікрокапсули, які можна використовувати в даному розкритті, можна одержувати за допомогою реакції поліконденсації полімерного ізоціанату і поліаміну для того, щоб формувати оболонку з полісечовини. Способи мікроінкапсуляції добре відомі в даній галузі і будь-який такий спосіб можна використовувати в даному розкритті для того, щоб надавати склад суспензії капсул. У цілому, склад суспензії капсул можна одержувати за допомогою спочатку змішування полімерного ізоціанату з (трихлорметил)піридином і/або іншим сільськогосподарським активним засобом з низькою температурою плавлення, і необов'язково, ультрагідрофобною сполукою, такою як полімерний ультрагідрофобний засіб. Потім цю суміш об'єднують з водною фазою, яка необов'язково містить емульсифікатор для того, щоб формувати двофазну систему. Органічну фазу емульгують у водній фазі за допомогою зсуву доти, поки не досягають бажаного розміру частинки. Потім водний розчин зшиваючого поліаміну додають по краплях при перемішуванні для того, щоб формувати інкапсульовані частинки (трихлорметил)піридину у водній суспензії. Альтернативно, емульсію масло-в-воді можна додавати у водний розчин поліаміну при зсуві для того, щоб формувати мікрокапсули. У деяких варіантах здійснення мікрокапсули за даним розкриттям можна одержувати способом порційної обробки, способом безперервної обробки або комбінацією порційного процесу і безперервного процесу.

[0065] Бажаний розмір частинки і товщина стінки комірки залежать від фактичного застосування. Мікрокапсули типово мають медіанний розмір по об'єму частинки приблизно від 1 приблизно до 10 мкм і товщину стінки капсули приблизно від 50 приблизно до 125 нанометрів. В іншому варіанті здійснення, що вимагає стабільності на поверхні ґрунту, бажаний розмір

частинки може складати приблизно 1-5 мкм, при товщинах стінки комірки приблизно від 75 приблизно до 125 нанометрів.

[0066] Інші стандартні добавки також можна вводити в зразкові склади, наприклад, такі як емульсифікатори, дисперсанти, загусники, біоциди, пестициди, солі і плівкоутворювальні полімери.

[0067] Диспергуючі і емульгуючі засоби, відомі як поверхнево-активні засоби або сурфактанти, включають продукти конденсації алкіленоксидів з фенолами й органічними кислотами, алкіларилсульфонати, модифіковані стирол-акрилові полімерні поверхнево-активні засоби, похідні поліоксіалкіленів і складних сорбітанових ефірів, змішані прості ефіри спиртів, натрієві мила нафтової сульфокислоти, лігнінсульфонати, полівінілові спирти і т. п. Поверхнево-активні засоби в цілому використовують у кількості приблизно від 1 приблизно до 20 відсотків по масі складу суспензії мікрокапсул.

[0068] Масове співвідношення суспендованої фази і водної фази в складі суспензії мікрокапсул за даним розкриттям залежить від бажаної концентрації сполуки (трихлорметил)піридину в кінцевому складі. Типово масове співвідношення складає приблизно від 1:0,75 приблизно до 1:20. У цілому бажане співвідношення складає приблизно від 1:1 приблизно до 1:7 і переважно складає приблизно від 1:1 приблизно до 1:4. Співвідношення також може знаходитися в діапазоні приблизно від 1:1 приблизно до 1:2.

[0069] Присутність сполуки (трихлорметил)піридину придушує нітрифікацію амонійного азоту в ґрунті або середовищі для вирощування за допомогою інгібування активності певних мікробів, які присутні у ґрунті, тим самим запобігаючи швидкій втраті амонійного азоту з таких джерел, як азотні добрива, що складають з органічним азотом і/або органічні добрива і т. п.

[0070] У цілому, склади суспензій мікрокапсул за даним розкриттям вносять так, що сполуку (трихлорметил)піридину вносять у ґрунт або середовище для вирощування з нормою приблизно від 0,5 приблизно до 1,5 кг/гектар, переважно з нормою приблизно від 0,58 приблизно до 1,2 кг/гектар. Переважну кількість можна з'ясовувати через переваги при внесенні, з огляду на такі фактори, як рН ґрунту, температура, тип ґрунту і спосіб внесення.

[0071] Склади суспензій мікрокапсул за даним розкриттям можна вносити яким-небудь чином, що буде позитивно впливати на сільськогосподарську культуру, яка представляє інтерес. В одному з варіантів здійснення склад суспензії мікрокапсул вносять у середовище для вирощування при внесенні в смугу або ряд. В іншому варіанті здійснення склад вносять або на всьому протязі середовища для вирощування перед посівом або пересадженням бажаної сільськогосподарської культури. У ще одному іншому варіанті здійснення склад можна вносити в кореневу зону зростаючих рослин.

[0072] Додатково склад суспензії мікрокапсул можна вносити при внесенні азотних добрив. Склад можна вносити до, після або одночасно з внесенням добрив.

[0073] Склади суспензій мікрокапсул за даним розкриттям мають такий додатковий ефект, що вони досить стабільні, щоб їх можна було вносити на поверхню ґрунту, без необхідності негайно додавати додаткову воду або використовувати механічне впровадження для того, щоб змішувати склад з ґрунтом; у деяких варіантах здійснення склад може залишатися на поверхні ґрунту протягом доби або навіть тижнів. Альтернативно, при бажанні, склади за даним розкриттям можна впроваджувати в ґрунт безпосередньо при внесенні.

[0074] Склади суспензій мікрокапсул за даним розкриттям типово мають концентрацію сполуки (трихлорметил)піридину в кількостях приблизно від 5, переважно приблизно від 10 і більш переважно приблизно від 15 приблизно до 40, типово приблизно до 35, переважно приблизно до 30 і більш переважно між приблизно 25 відсотками по масі і 27 відсотками по масі, на підставі загальної маси складу суспензії мікрокапсул. Потім склади суспензій мікрокапсул необов'язково змішують з одним або декількома розчинниками і/або водою для того, щоб досягати бажаної норми внесення.

[0075] Композиції для обробки ґрунту можна одержувати за допомогою диспергування складу суспензії мікрокапсул у добривах, таких як амонійне або органічне азотне добриво. Одержувану композицію добрива можна використовувати саму по собі або її можна модифікувати за допомогою розведення додатковим азотним добривом або інертним твердим носієм, щоб одержувати композицію, яка містить яку-небудь бажану кількість активного засобу для обробки ґрунту.

[0076] Ґрунт можна підготовляти яким-небудь чином з використанням складів суспензій мікрокапсул за даним розкриттям, включаючи механічне змішування з ґрунтом; внесення на поверхню ґрунту і після цього боронування або рубання ґрунту до бажаної глибини; або за допомогою безпосереднього перенесення усередину ґрунту таким способом, як: ін'єкція, розпилення, розпорошення або зрошення. При зрошувальному внесенні склади можна вводити

у воду зрошення в прийнятній кількості для того, щоб досягати розподілу сполуки (трихлорметил)піридину на бажану глибину аж до 6 дюймів (15,24 см).

[0077] На подив, після впровадження в ґрунт, склади суспензій мікрокапсул за даним розкриттям перевершують інші склади нітрапірину, зокрема, не інкапсульовані версії. Вважали, що інкапсульовані композиції не достатньо вивільняють нітрапирин, щоб бути такими ж ефективними, як не інкапсульовані версії, у яких дифузія з капсули буде занадто повільною для того, щоб забезпечувати біологічний ефект, але фактично спостерігають протилежний ефект.

[0078] Контрольоване вивільнення нітрапірину в складах суспензій мікрокапсул за даним розкриттям демонструє певні переваги над внесенням інкапсульованого нітрапірину. По-перше, можна знижувати кількість нітрапірину, оскільки він більш ефективно вивільняється в ґрунт протягом тривалого періоду часу. По-друге, при бажанні, склади суспензій мікрокапсул за даним розкриттям можна вносити і залишати на поверхні для природного впровадження в ґрунт, без необхідності механічного впровадження.

[0079] У деяких варіантах здійснення гідрофобні добавки інгібітору кристалів додають у водну фазу складів суспензій мікрокапсул, що містять нітрапирин, щоб знижувати швидкість формування і/або ріст кристалів нітрапірину у водній фазі при визначеній температурі і/або умовах зберігання. У деяких варіантах здійснення гідрофобні добавки інгібітору кристалів, додані після того, як відбувалося формування кристалів нітрапірину, забезпечують переважаюче зниження росту кристалів при температурі і/або умовах зберігання, які, як відомо, сприяють росту кристалів нітрапірину. У деяких зразкові варіанти здійснення, гідрофобні добавки інгібітору кристалів містять щонайменше одне масло і присутні у водній фазі складів після формування мікрокапсул.

[0080] Деякі варіанти здійснення включають склади суспензій мікрокапсул, які вже містять кристали нітрапірину і які не містять гідрофобні добавки інгібітору кристалів у водній фазі. Ці суспензії можна обробляти з однією або декількома гідрофобними добавками інгібітору кристалів за допомогою їхнього додавання у водну фазу суспензії. Одержжану суміш можна перемішувати при температурі навколишнього середовища протягом визначеного часу, можливо від 30 хвилин до 5 годин на підставі загального об'єму суспензії мікрокапсул, поки не зникнуть кристали нітрапірину або схожого кристалізованого органічного інгібітору нітрифікації/сільськогосподарської активної сполуки.

[0081] Склади за даним розкриттям включають концентрати суспензії капсул з мікрокапсул, суспендованих у водному розчині, у якому мікрокапсули містять щонайменше один низькотемпературний сільськогосподарський активний інгредієнт і щонайменше одну ультрагідрофобну сполуку. Водна фаза необов'язково може містити щонайменше один неіонний полімер, і, необов'язково, щонайменше одну або кілька додаткових гідрофобних добавок інгібітору кристалів, доданих згодом у склади для того, щоб стабілізувати проблеми росту кристалів активних інгредієнтів у безперервній водній фазі. Високонавантажені нітрапірином суспензії капсул (активний інгредієнт більше ніж приблизно 200 г/л) можуть формувати кристали нітрапірину у водній фазі при помірно низьких температурах зберігання, приблизно 10 °C. Кристали нітрапірину можуть мати чистоту приблизно 99 %. При деяких умовах з часом такі кристали можуть містити аж до 0,5 відсотка по масі від усієї складу суспензії мікрокапсул. Кристали можуть формуватися при температурах, що включають 0°C, -5°C і 15°C. Інгібітори росту кристалів на основі розчинника, такі як гідрофобні добавки інгібітору кристалів, можуть забезпечувати переважаючу фізичну стабільність, зокрема, при помірно низьких температурах зберігання приблизно при 10°C, для того, щоб запобігати формуванню кристалів у водній фазі суспензії мікрокапсул.

[0082] Як ілюстрація, додані згодом гідрофобні добавки інгібітору кристалів, що являють собою ароматичні розчинники, включають: Aromatic 100 Fluid, також відомий як лігроїновий розчинник або лігроїн з легкими ароматичними сполуками; Aromatic 150 Fluid, також відомий як лігроїновий розчинник, лігроїн з важкими ароматичними сполуками, лігроїн типу II з ароматичними сполуками з високою температурою спалаху, лігроїновий розчинник з важкими ароматичними сполуками, вуглеводні, C₁₀ ароматичні сполуки, >1 % нафталіну, A150, S150 (Solvesso 150); і Aromatic 200 Fluid, також відомий як лігроїновий розчинник, лігроїн з важкими ароматичними сполуками, лігроїн типу II з ароматичними сполуками з високою температурою спалаху, лігроїновий розчинник з важкими ароматичними сполуками, вуглеводні, C₁₀₋₁₃ ароматичні сполуки, >1 % нафталіну, A200 і S200 (Solvesso 200).

[0083] Ароматичні розчинники, у деяких варіантах здійснення мають низький вміст нафталіну ("ND") або містять менше ніж приблизно 1 % нафталіну. Зазначені розчинники можна додавати до складу суспензії мікрокапсул перед формуванням кристалів як попереджувальну

міру або додавати до складу суспензії мікрокапсул після формування кристалів як виправну міру для того, щоб видаляти кристали або знижувати їхню присутність.

[0084] Зразкові склади за даним розкриттям додатково можуть містити яку-небудь комбінацію стабілізаторів, загусників, дисперсантів, біоцидів, поверхнево-активних засобів, пластифікаторів і/або розчинників, відомих фахівцям у даній галузі для адаптації в'язкості, плинності, щільності, густоти і/або стабільності складів.

[0085] Додатково, склади суспензій мікрокапсул за даним розкриттям можна комбінувати або використовувати в сполученні з пестицидами, у тому числі артроподицидами, бактерицидними засобами, фунгіцидами, гербіцидами, інсектицидами, майтицидами, нематоцидами, інгібіторами нітрифікації, таким як диціандіамід, інгібіторами уреаз, такими як N-(н-бутил) тіофосфорний триамід і т. п., або пестицидними сумішами і їхніми синергічними сумішами. При такому внесенні склад суспензії мікрокапсул за даним розкриттям можна змішувати в баку з бажаним пестицидом(пестицидами) або їх можна вносити послідовно.

[0086] Зразкові гербіциди включають, але не обмежуючи цим ацетохлор, алахлор, амінопіралід, атразин, беноксакор, бромоксиніл, карфентразон, хлорсульфурон, клодинафоп, клопіралід, дикамба, диклофоп-метил, диметенамід, феноксапроп, флукарбазон, флуфенацет, флуметсулам, флуміклолак, флуороксипір, глюфосинат-амоній, гліфосат, галосульфурон-метил, імазаметабенз, імазамокс, імазапір, імазаквін, імазетапір, ізоксафлутол, квінклолак, MCPA, MCP амін, складні ефіри MCP, мефеноксам, мезотрион, метолахлор, s-метолахлор, метрибузин, метсульфурон метил, нікосульфурон, паракват, пендиметалін, піклорам, примісульфурон, пропоксикарбазон, просульфурон, пірафлуфен етил, римсульфурон, симазин, сульфосульфурон, тифенсульфурон, топрамезон, тралкосидим, триалат, триасульфурон, трибенурон, триклопір, трифлуралін, 2,4-D, 2,4-D амін, 2,4-D складний ефір і т. п.

[0087] Зразкові інсектициди включають, але не обмежуючись цим 1,2-дихлорпропан, 1,3-дихлорпропен, абамектин, ацефат, ацеквіноцил, ацетаміприд, ацетіон, ацетопрол, акринатрин, акрилонітрил, аланікарб, алдикарб, алдоксикарб, алдрин, алетрин, алосамідин, аліксикарб, альфа-циперметрин, альфа-екдисон, амідитіон, амідифлумет, амінокарб, амітон, амітрац, анабазин, триоксид арсену, атидотіон, азадирахтин, азаметинос, азинфос-етил, азинфос-метил, азобензол, азоциклотин, азотоат, гексафторсилікат барію, бартрин, бенклотіаз, бендіокарб, бенфуракарб, беноксафос, бенсультап, бензоксимат, бензилбензоат, бета-цифлутрин, бета-циперметрин, біфеназат, біфентрин, бінапакрил, біоалетрин, біоетанометрин, біоперметрин, бістрифлурон, бура, борна кислота, бромфенвінфос, бром ДДТ, бромозиклен, бромфос, бромфосетил, бромпропілат, буфенкарб, бупрофезин, бутакарб, бутатіофос, бутоксикарб, бутонат, бутоксикарб, кадусафос, арсенат кальцію, полісульфід кальцію, камфехлор, карбанолат, карбарил, карбофуран, сірковуглець, тетрахлорид вуглецю, карбофенотіон, карбосульфат, картап, хінометіонат, хлорантраніліпрол, хлорбензид, хлорбіциклен, хлордан, хлордекон, хлордимерформ, хлоретоксифос, хлорфенапір, хлорфенетол, хлорфенсон, хлорфенсульфід, хлорфенвінфос, хлорфлуазурон, хлормефос, хлорбензілат, хлорформ, хлормебуформ, хлорометиурон, хлорпікрин, хлорпропілат, хлорфоксим, хлорпразофос, хлорпірифос, хлорпірифос-метил, хлортіофос, хромафенозид, цинерин I, цинерин II, цисметрин, клоетокарб, клофентезин, клосантел, клотіанідин, ацетоарсеніт міді, арсенат міді, нафтенат міді, олеат міді, кумафос, кумітоат, кротамітон, кротоксифос, круентарен A і B, круфомат, кріоліт, ціанофенфос, ціанофос, ціантоат, циклетрин, циклопротрин, цієнопірафен, цифлуметофен, цифлутрин, цигалотрин, цигексатин, циперметрин, цифенотрин, циромазин, цитіоат, d-лімонен, дазомет, DBCP, DCIP, DDT, декарбофуран, дельтаметрин, деметіон, деметіон-О, деметіон-S, деметон, деметон-метил, деметон-О, деметон-О-метил, деметон-S, деметон-S-метил, деметон-S-метилсульфон, діафентіурон, діаліфос, діамідафос, діазинон, дикаптон, дихлофентіон, дихлофлуанід, дихлорвос, дикофол, дикрезил, дикротофос, дицикланіл, діелдрин, дієнохлор, дифловідазин, дифлубензурон, дилор, димефлутрин, димефокс, диметан, диметоат, диметрин, диметилвінфос, диметилан, динекс, динобутон, динокап, динокап-4, динокап-6, диноктон, динопентон, динопроп, диносам, диносульфос, динотефуран, динотербон, диофенолан, діоксабензофос, діоксакарб, діоксатіон, дифенілсульфон, дисульфідрам, дисульфотон, дитикрофос, DNOC, дофенапін, дорамецтин, ектидестерон, емаектин, EMPC, емпентрин, ендосульфат, ендотіон, ендрин, EPN, епофенонан, еприномектин, есфенвалерат, етафос, етіофенкарб, етіон, етіпрол, етоат-метил, етопрофос, етил DDD, етилформіат, етилендихлорид, етиленоксид, етофенпрокс, етоксазол, етримфос, EXD, фамфур, фенаміфос, феназафлор, феназахін, фенбутатин оксид, фенхлорфос, фенетакарб, фенфлутрин, фенітропін, фенобукарб, фенотіокарб, феноксакрим, феноксикарб, фенпіритрин, фенпропатрин, фенпіроксимат, фенсон, фенсульфотіон, фентіон, фентіон-етил, фентрифаніл, фенвалерат, фіпроніл, флонікамід,

флуакрипірим, флуазурон, флубендіамід, флубензімін, флукофурон, флуциклоксурон, флуцитринат, флуенетил, флуфенерим, флуфеноксурон, флуфенпрокс, флуметрин, фторбензид, флувалінат, фонофос, форметанат, формотіон, формпаранат, фосметилан, фоспірат, фостіазат, фостіетан, фостіетан, фураціокарб, фуретрин, фурфурол, гамма-цигалотрин, гама-НСН, галфенпрокс, галофенозид, НСН, НЕОД, гептахлор, гептенофос, гетерофос, гексафлумурон, гекситіазокс, ННДН, гідраметилнон, ціаністий водень, гідропрен, хіквінкарб, іміціяфос, імідаклоприд, іміпротрин, індоксакарб, йодометан, IPSP, ізамідофос, ізазофос, ізобензан, ізокарбофос, ізодрин, ізофенфос, ізопрокарб, ізопротіолан, ізотіоат, ізоксатіон, івермектин, джасмолін I, джасмолін II, йодфенфос, ювенільний гормон I, ювенільний гормон II, ювенільний гормон III, келеван, кінопрен, лямбда-цигалотрин, арсенат свинцю, лепімектин, лептофос, ліндан, ліримфос, люфенурон, літидатіон, малатіон, малонобен, мазидокс, мекарбам, мекарфон, меназон, мефосфолан, хлорид ртуті, месульфен, месульфенфос, метафлумізон, метам, метакрифос, метамідофос, метидатіон, метіокарб, метокротофос, метоміл, метопрен, метоксихлор, метоксифенозид, метилбромід, метилізотіоціанат, метилхлороформ, метиленхлорид, метофлутрин, метолкарб, метоксадіазон, мевінфос, мексакарбат, мілбемектин, мілбеміцину оксим, міпафокс, мірекс, MNAF, монокротофос, морфотіон, моксидектин, нафталофос, налед, нафталін, нікотин, ніфлуридід, нікоміцини, нітенпірам, нітіазин, нітрилакарб, новалурон, новіфлумурон, ометоат, оксаміл, оксидеметон-метил, оксидефос, оксидисульфотон, парадихлорбензол, паратіон, паратіон-метил, пенфлурон, пентахлорфенол, перметрин, фенкаптон, фенотрин, фентоат, форат, фозалон, фосфолан, фосмет, фоснихлор, фосфамідон, фосфін, фосфокарб, фоксим, фоксим-метил, піриметафос, піримікарб, піриміфос-етил, піриміфос-метил, арсеніт калію, тіоціанат калію, pp'-DDT, пралетрин, прекоцен I, прекоцен II, прекоцен III, примідофос, проклонол, профенофос, профлутрин, промазил, промекарб, пропафос, пропаргит, пропетамфос, пропоксур, протидатіон, протіофос, протоат, протрифенбут, піраклофос, пірафлупрол, піразофос, піресметрин, піретрин I, піретрин II, піридабен, піридаліл, піридафентіон, пірифлуквіназон, піримідифен, піримітат, пірипрол, пірипроксифен, квасія, хіналфос, хіналфос, хіналфос-метил, хінотіон, квантіофос, рафоксанід, ресметрин, ротенон, ріанія, сабадила, схрадан, селамектин, силафлуофен, арсеніт натрію, фторид натрію, гексафторсилікат натрію, тіоціанат натрію, софамід, спінеторам, спіносад, спіродиклофен, спіромесифен, спіротетрамат, сулкофурон, сульфірам, сульфлурамід, сульфотеп, сірка, сульфурилфторид, сулпрофос, тау-флувалінат, тазимкарб, TDE, тебуфенозид, тебуфенпірад, тебупіримфос, тефлубензурон, тефлутрин, темефос, TEPP, тералетрин, тербуфос, тетрахлоретан, тетрахлорвінфос, тетрадіфон, тетраметрин, тетранактин, тетрасул, тета-циперметрин, тіаклоприд, тіаметоксам, тикрофос, тіокарбоксим, тіоциклам, тіодикарб, тіофанокс, тіометон, тіоназин, тіохінокс, тіосултап, турингінзін, толфенпірад, тралометрин, трансфлутрин, трансперметрин, триаратен, триазамат, триазофос, трихлорфон, трихлорметафос-3, трихлоронат, трифенофос, трифлумурон, триметакарб, трипрен, вамідотіон, вамідотіон, ваніліпрол, ваніліпрол, ХМС, ксилікарб, зета-циперметрин і золапрофос.

[0088] Додатково можна використовувати яку-небудь комбінацію одного або декількох із приведених вище пестицидів.

[0089] Додатково можна використовувати хімію для захисту сільськогосподарських культур Rynaxypur™ (торгова марка DuPont), амінобензойний діамід (Chlorantraniliprole) для практичного здійснення винаходу.

[0090] Як використовують всюди в описі, термін "приблизно" стосується плюс або мінус 10 % від заявленого значення, наприклад, термін "приблизно 1,0" включає значення від 0,9 до 1,1.

[0091] Наступні приклади надані для того, щоб ілюструвати даний винахід. Приклади не призначені для того, щоб обмежувати обсяг даного винаходу і їх не слід інтерпретувати як обмежувальні. Кількості являють собою масові частини або масові частки, якщо не зазначене інше.

ПРИКЛАДИ

[0092] Склади суспензій капсул нітрапірину з високим навантаженням одержували за допомогою мікроінкапсуляції емульсії "масло-в-воді". Основні компоненти деяких зразкових складів представлені в таблиці 1. Ліпофільну масляну фазу емульсії "масло-в-воді" одержували за допомогою змішування поліметиленполіфенілізоціанату (PAPI 27) і полібутену (полібутена Indopol® марки: H-15 з INEOS Oligomers, один з варіантів здійснення "полімерного ультрагідрофобного засобу") у розплавленому технічному нітрапірині (температура плавлення: ~63 °C) при 70 °C. Технічний нітрапірин має вміст нітрапірину приблизно від 90 % приблизно до 100 % залежно від рівня домішок (показано далі в таблиці 1).

[0093] Фахівець в галузі хімії може вибрати один або декілька інших придатних ізоціанатів, полімерних ультрагідрофобних засобів і/або сільськогосподарських активних сполук, необов'язково інгібіторів нітрифікації), для комбінації в ліпофільній масляній фазі. Наприклад, яка-небудь комбінація ізоціанату(ізоціанатів), полімерного ультрагідрофобного засобу(засобів) і органічного інгібітору(інгібіторів) нітрифікації з низькою температурою плавлення, які демонстрували гарну розчинність при змішуванні разом і гарну стабільність після мікроінкапсуляції (як описано нижче), буде придатна для використання в розкритих складах. Крім того, інші ліпофільні сільськогосподарські активні інгредієнти, які демонстрували гарну розчинність при змішуванні разом, і гарну стабільність після мікроінкапсуляції (як описано нижче), будуть придатні для використання в розкритих складах, наприклад, такі як пестициди, фунгіциди, гербіциди, майтициди, артропоциди, бактерицидні засоби, добрива і їхні суміші.

[0094] Водну фазу емульсій "масло-в-воді" одержували за допомогою розчинення у воді PVA (SELVOL 205); дисперсанта (модифікованого стирол-акрилового полімерного поверхнево-активного засобу, Atlox Metasperse 500L); протиспінювач (30 % водна емульсія полідиметилсилоксанового концентрату, протиспінювач C); і біоциду широкого спектра, такого як 20 % водний дипропіленгліколевий розчин 1,2-бензізотіазолін-3-ону для захисту продукту від псування бактеріями, дріжджами і/або грибами (Proxel GXL). Яку-небудь комбінацію стабілізаторів, загусників, дисперсантів, біоцидів, поверхнево-активних засобів, пластифікаторів і/або розчинників, відомих фахівцям у даній галузі для адаптації в'язкості, плинності, щільності, густоти і/або стабільності складів, можна додавати у водну фазу.

[0095] Водну фазу тримали при 50 °C. Потім масляну і водну фази змішували разом при коловій швидкості 21 м/с у гомогенізаторі IKA Magic Lab. Потім створену емульсію "масло-в-воді" (яка містить глобули діаметром приблизно 3 мкм) переносили в добре перемішану посудину, що містить розчин етилендіаміну ("EDA") у воді, щоб створювати мікрокапсули з товщиною стінки капсули 100 нм. Після 2 годин змішування склади мікрокапсули додатково стабілізували за допомогою додавання Kelzan® S (ксантанова камедь промислової марки, яка диспергується у водному розчині), Avicel® CL-611 (мікрористалічна целюлоза і карбоксиметилцелюлоза натрію), пропіленгліколю і гідрофобної добавки інгібітору кристалів (UCAR® Filmer IBT або Aromatic 200ND).

[0096] У таблиці 1 перераховані деякі зразкові композиції стабільних високонавантажених складів суспензій капсул нітрапірину, без масляного розчинника в мікрокапсулах, що містять нітрапирин, і з доданою згодом гідрофобною добавкою інгібітору кристалів.

Таблиця 1

Зразкові композиції стабільних високонавантажених складів CS нітрапірину, які містять додані згодом гідрофобні добавки інгібітору кристалів.

Інгредієнти	GF-3411 (% мас.)	GF-3410 (% мас.)	GF-3421 (% мас.)	GF-3407 – контроль (% мас.)
Нітрапирин (A.I.)	25,97	26,71	25,97	26,71
Домішки в технічному розчині	2,89	2,64	2,89	2,64
¹ Indopol® H-15	0,71	0,36	0,71	0,36
² PAPI 27	5,48	5,51	5,48	5,51
Етилендіамін (EDA)	1,23	1,23	1,23	1,23
³ PVA (SELVOL 205)	1,44	1,44	1,44	1,44
⁴ Atlox Metasperse 500L	2,00	2,00	2,00	2,00
⁵ Протиспінювач C	0,09	0,09	0,09	0,09
⁶ Proxel GXL	0,1	0,1	0,1	0,1
⁷ UCAR Filmer IBT	2,80	2,80	-	-
⁸ Aromatic 200ND*	-	-	2,80	-
⁹ Kelzan S	0,10	0,10	0,10	0,10
¹⁰ Avicel CL-611	0,20	0,20	0,20	0,20
Пропіленгліколь	10,00	10,00	10,00	10,00
Вода	46,99	46,82	46,99	49,62

*GF-3421 давав 2 % мас. Aromatic 200ND замість цільового 2,8 % мас.

¹Indopol® H-15: полібутен марки: H-15 з INEOS Oligomers.

²PAPI 27: поліметилен поліфенілізоціанат.

³PVA (SELVOL 205): полівініловий спирт, частково гідролізований.

⁴Atlox Metasperse 500L: дисперсант, модифікований стирол-акриловий полімерний поверхнево-активний засіб.

⁵Протиспінювач C: 30 % водна емульсія полідиметилсилоксанового концентрату.

⁶Proxel GXL: біоцид широкого спектра для захисту промислових продуктів на основі води від псування бактеріями, дріжджами і грибами.

⁷UCAR® Filmer IBT: 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутират.

⁸Aromatic 200ND: важкий ароматичний засіб з низьким вмістом нафталіну.

⁹Kelzan S: ксантанова камедь промислової марки, яка диспергується у водному розчині.

¹⁰Avicel CL-611: мікрокристалічна целюлоза і карбоксиметилцелюлоза натрію.

5 [0097] Деякі зразки тестували на кристалізаційну стабільність з різними часовими інтервалами і при різних температурах і порівнювали з контрольним зразком, GF-3407, що не мали добавки інгібітору кристалів. Результати цих тестів зведені в таблиці 2.

10 [0098] Також з посиланням на таблицю 2, процедуру вологого просівання, якою визначають вміст кристалів у зразках збереження, здійснювали в такий спосіб: приблизно 20 г зразка додавали в склянку, що містить між 100 і 200 г водопровідної води. Розчин перемішували з використанням скляної палички для перемішування і потім виливали через сито 75 мкм. 15 Склянку споліскували додатковою водою і змивши також виливали через сито. Водопровідну воду виливали зверху зразка в ситі протягом приблизно 30 с, щоб змивати слабкі агломерати. Залишок, що залишився на решітці, змивали на тарований фільтрувальний папір і фільтрували під вакуумом. Цей фільтрувальний папір зі зразком залишали сохнути під вакуумним ковпаком протягом щонайменше чотирьох годин і потім повторно зважували. Процентні частинки залишку обчислювали з використанням рівняння (1):

(1) Процентна частка залишку=(фільтрувальний папір і маса залишку після сушіння (г) -маса фільтрувального паперу (г))/(весь просіяний зразок (г))

20 [0099] Цей процес повторювали для кожного зразка стабільності при зберіганні і масові частинки залишку реєстрували, як перераховано в таблиці 2. Зразки з UCAR® Filmer IBT і Aromatic 200ND демонстрували менші значення % мас. залишку при вологому просіванні в порівнянні з контрольним складом GF-3407 при всіх умовах зберігання.

Таблиця 2

Зведення про тестування кристалізаційної стабільності деяких зразкових стабільних високонавантажених суспензій капсул у порівнянні з контрольним зразком GF-3407 без якої-небудь гідрофобної добавки інгібітору кристалів

	Вологе просівання (% мас.)					Час зберігання
	Початк.	FT ¹	10°C	40°C	54°C	
Контроль GF-3407	-	0,8	0,41	0,85	1,53	2 тиж.
GF-3411	0,03	0,02	0,01	0,02	0,10	2 тиж.
		0,09	0,09	0,10	0,23	4 тиж.
		0,09	-	0,09	0,48	8 тиж.
GF-3421 ²	-	0,03	0,02	0,02	0,03	2 тиж.
		0,16	0,14	0,14	0,20	4 тиж.
		0,32	-	1,54	0,5	8 тиж.

¹температурні цикли від -10 до 40°C; GF-3421 містить 2 % мас. Aromatic 200ND замість цільового 2,8 % мас.

[00100] Здійснювали дослідження леткості нітрапірину. У короткому викладі, склади, деякі з яких містили нітрапірин, розводили у воді до концентрації 20 мг/мл нітрапірину. Для кожного складу одержували множину посудин, які містять 20 м. ч. нітрапірину в 2 г білого кварцового піску. Половину підготовлених посудин тримали закритими, тоді як іншу половину залишали відкритими при температурі навколишнього середовища. Через періодичні інтервали залишковий нітрапірин аналізували в трьох дублюючих посудинах, які зберігали відкритими, і тих, що зберігали закритими.

[00101] У кожен момент часу нітрапірин екстрагували з використанням внутрішнього стандартного розчину, що містить 20 мкг/мл дибутилфталату і фільтрували у флакони FIPLC з використанням шприцевих фільтрів. Розчини аналізували за допомогою ВЕРХ із використанням колонки Kinetix C18 (150 мм × 4,6 мм × 2,6 мкм) і УФ-детектора, встановленого на 270 нм.

[00102] Далі в таблиці 3 представлені результати, отримані за допомогою вимірювальних аналізів для нітрапірину після внесення розведеного складу N-Serve® у пісок. N-Serve® являє собою неінкапсульований рідкий склад нітрапірину зі вмістом активного засобу приблизно 22 %, комерційно доступний у Dow AgroSciences LLC. Результати показують відсоток нітрапірину, що залишається у відкритих і закритих контейнерах, які тестували в кожен момент часу.

Таблиця 3

Результати, отримані для нітрапірину після внесення розведеного складу N-Serve у пісок.

ID зразка	% нітрапірину, який залишається, відносно додаваної кількості						
	Початк.	Доба 2 Відкр.	Доба 2 Закрит.	Доба 4 Відкр.	Доба 4 Закрит.	Доба 8 Відкр.	Доба 8 Закрит.
N-serve*	113	0	15,9	0	13	0	9,2

*Комерційно доступний рідкий склад стабілізатора азоту, що містить приблизно 22 % нітрапірину.

[00103] Далі з посиланням на таблицю 4, результати аналізу рівнів нітрапірину в піску після внесення розведеного GF-3421 і GF-3411 у пісок. Результати показують відсоток нітрапірину, що залишається, у відкритих і закритих контейнерах, які тестували в кожен момент часу.

Таблиця 4

Результати, отримані за допомогою вимірювання відсотка нітрапірину, що залишається, в піску після внесення розведених складів GF-3421 і GF-3411 у пісок.

ID зразка	% нітрапірину, який залишається, відносно додаваної кількості *						
	Початк.	Доба 5 Відкр.	Доба 5 Закрит.	Доба 12 Відкр.	Доба 12 Закрит.	Доба 19 Відкр.	Доба 19 Закрит.
GF-3421	92,6	76,5	76,9	68,5	71,4	72,3	74,7
GF-3411	98,4	83,7	87,5	68,1	82,8	69,5	85,1

*Результати, представлені в приведеній вище таблиці, являють собою усереднене значення аналізу, який проводили тричі.

[00104] У короткому викладі, у дослідженні ґрунтової нітрифікації, в активні ґрунтові зразки (100 г) вносили ~250 мг сульфату амонію, щоб надавати джерело NH_4^+ , і ~50 мкг нітрапірину, внесеного у вигляді розведеного розчину складу в розчині сульфату амонію. У кожен момент часу аліквоту ґрунту 10 г переносили в 60 мл скляну посудину й екстрагували амоній з використанням 2М розчину хлориду калію. Амоній, який присутній у розчині, оцінювали колориметрично з використанням "Phenol-Hypochlorite reaction for determination of ammonia" (M.W. Weatherburn, Analytical Chemistry, том 39, № 8, липень 1967).

[00105] Активний ґрунт, який містить схожу кількість сульфату амонію, але без нітрапірину, використовували як контроль. Далі з посиланням на таблицю 5, кількість амонію, що залишається, в кожен момент часу, обчислювали на основі теоретичної кількості доданого амонію.

Таблиця 5

Кількість амонію, що залишається, у кожен момент часу, обчислена на основі теоретичної кількості доданого амонію.

Мітки рядів	% амонію, який залишається в ґрунті, відносно початкової кількості			
	Доба 0	Доба 2	Доба 7	Доба 14
NH_4 Пустий	87	85	74	41
GF-3410	89	90	93	47
GF-3411	89	92	92	43
GF-3421	87	89	92	46

[00106] Хоча нова технологія проілюстрована й описана детально на фіг. і в приведеному вище описі, їх варто тлумачити як ілюстрації і не обмеження за своїм характером, зрозуміло, що показано й описані тільки переважні варіанти здійснення і що всі зміни і модифікації, що входять у суть нової технології, бажано захистити. Також, хоча нова технологія проілюстрована з використанням конкретних прикладів, теоретичних аргументів, розрахунків і ілюстрацій, ці ілюстрації і супровідне обговорення не слід ніяким чином інтерпретувати як обмеження технології. Усі патенти, патентні заявки і посилання на тексти, наукові трактати, публікації і т. п., приведені в цій заявці, включені в даний документ за допомогою посилання в повному обсязі.

ФОРМУЛА ВІНАХОДУ

1. Склад суспензії мікрокапсул, який містить:

(а) суспендовану фазу множини мікрокапсул, які мають медіанний розмір по об'єму частинки від 1 до 10 мкм, де мікрокапсули містять:

(1) стінку мікрокапсули, отриману за допомогою суміжної реакції поліконденсації між полімерним ізоціанатом і поліаміном для того, щоб формувати оболонку з полісечовини;

(2) щонайменше одну органічну інгібуючу нітрифікацію сполуку, інкапсульовану в оболонку з полісечовини, причому щонайменше одна органічна інгібуюча нітрифікація сполука не розчиняється в органічному розчиннику;

(3) щонайменше одну полімерну ультрагідрофобну сполуку, інкапсульовану в оболонку з полісечовини; і

(b) водну фазу, яка містить гідрофобну добавку інгібітора кристалів.

2. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, у якому водна фаза додатково містить щонайменше один додатковий інгредієнт, вибраний із групи, яка складається з: дисперсанта, неіонного полімеру, протиспінювача і біоциду.

5 3. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, у якому мікрокапсули містять 2-хлор-6-(трихлорметил)піридин.

4. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, де склад додатково містить сільськогосподарський активний інгредієнт, вибраний із групи, яка складається з: артроподицидів, бактерицидних засобів, фунгіцидів, гербіцидів, інсектицидів, майтицидів, нематоцидів, добрив, диціандіаміду, інгібіторів уреазі і пестицидних сумішей і їхніх синергічних сумішей.

10 5. Склад суспензії мікрокапсул за п. 3, де склад містить між 25 відсотками по масі і 35 відсотками по масі 2-хлор-6-(трихлорметил)піридину.

6. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, де склад містить між 0,1 відсотка по масі і 2,0 відсотками по масі щонайменше однієї полімерної ультрагідрофобної сполуки.

15 7. Склад суспензії мікрокапсул за п. 6, у якому мікрокапсули містять полібутен.

8. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, у якому водна фаза містить між 1,0 відсотком по масі і 4,0 відсотками по масі гідрофобної добавки інгібітора кристалів.

9. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, у якому гідрофобна добавка інгібітора кристалів являє собою щонайменше одну сполуку, вибрану з групи, яка складається з: ароматичних розчинників і 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутирату.

20 10. Склад суспензії мікрокапсул за п. 2, у якому водна фаза містить між 1,0 відсотком по масі і 10 відсотками по масі неіонного полімеру.

11. Склад суспензії мікрокапсул за п. 10, у якому неіонним полімером є полівініловий спирт.

25 12. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, у якому водна фаза містить щонайменше одну добавку, вибрану з групи, яка складається з: модифікованого стирол-акрилового полімерного поверхнево-активного засобу, неіонного полімеру, водної емульсії полідиметилсилоксанового концентрату, ксантанової камеді, мікрокристалічної целюлози, карбоксиметилцелюлози натрію і пропіленгліколю.

30 13. Склад суспензії мікрокапсул за п. 1, де склад містить між 40 відсотками по масі і 70 відсотками по масі водної фази.

14. Спосіб одержання складу суспензії мікрокапсул, який включає стадії:

35 (а) одержання ліпофільної фази, яка містить щонайменше один ліпофільний ізоціанат і щонайменше одну полімерну ультрагідрофобну сполуку, за допомогою змішування зазначеного щонайменше одного ліпофільного ізоціанату і зазначеної щонайменше однієї полімерної ультрагідрофобної сполуки щонайменше в одній розплавленій низькоплавкій органічній інгібуючій нітрифікацію сполуці; причому щонайменше одна розплавлена низькоплавка органічна інгібуюча нітрифікацію сполука не розчиняється в органічному розчиннику;

40 (b) одержання водної фази за допомогою розчинення і змішування у воді щонайменше однієї добавки, вибраної з групи, яка складається з: дисперсанта, неіонного полімеру, протиспінювача і біоциду;

(c) об'єднання ліпофільної фази і водної фази для того, щоб формувати емульсію "масло-в-воді";

(d) об'єднання емульсії "масло-в-воді" з розчином щонайменше одного поліаміну у воді для того, щоб створювати мікрокапсули; і

45 (e) додавання гідрофобної добавки інгібітора кристалів після етапу об'єднання емульсії "масло-в-воді" з розчином щонайменше одного поліаміну у воді для того, щоб створювати склад суспензії мікрокапсул.

15. Спосіб за п. 14, у якому ліпофільна фаза містить 2-хлор-6-(трихлорметил)піридин.

50 16. Спосіб за п. 14, у якому ліпофільна фаза містить між 75 відсотками по масі і 90 відсотками по масі 2-хлор-6-(трихлорметил)піридину.

17. Спосіб за п. 14, у якому ліпофільна фаза містить між 0,1 відсотка по масі і 3,0 відсотками по масі щонайменше однієї полімерної ультрагідрофобної сполуки.

18. Спосіб за п. 17, у якому ліпофільна фаза містить полібутен.

55 19. Спосіб за п. 17, який додатково включає стадію: додавання щонайменше однієї добавки, вибраної з групи, яка складається з: дисперсанта, протиспінювача і біоциду, після стадії об'єднання емульсії "масло-в-воді" з вказаним розчином щонайменше одного поліаміну у воді з формуванням складу суспензії мікрокапсул.

20. Спосіб за п. 19, у якому водна фаза містить між 1,0 відсотком по масі і 4,0 відсотками по масі гідрофобної добавки інгібітора кристалів.

21. Спосіб за п. 20, у якому гідрофобна добавка інгібітора кристалів являє собою щонайменше одну сполуку, вибрану з групи, яка складається з: ароматичних розчинників і 2,2,4-триметил-1,3-пентандіолмоноізобутирату.
22. Спосіб за п. 14, у якому водна фаза містить між 1,0 відсотком по масі і 10 відсотками по масі неіонного полімеру.
23. Спосіб за п. 22, у якому неіонним полімером є полівініловий спирт.
24. Спосіб за п. 14, у якому водна фаза містить щонайменше одну добавку, вибрану з групи, яка складається з: модифікованого стирол-акрилового полімерного поверхнево-активного засобу, неіонного полімеру, водної емульсії полідиметилсилоксанового концентрату, ксантанової камеді, мікрокристалічної целюлози, карбоксиметилцелюлози натрію і пропіленгліколю.
25. Спосіб за п. 19, у якому водна фаза містить щонайменше одну добавку, вибрану з групи, яка складається з: модифікованого стирол-акрилового полімерного поверхнево-активного засобу, неіонного полімеру, водної емульсії полідиметилсилоксанового концентрату, ксантанової камеді, мікрокристалічної целюлози і карбоксиметилцелюлози натрію.
26. Спосіб за п. 14, у якому склад містить між 40 відсотками по масі і 70 відсотками по масі водної фази.
27. Спосіб за п. 14, який додатково включає стадію: контролю температури емульсії "масло-в-воді" при змішуванні ліпофільної фази з водною фазою для одержання масляних глобул.
28. Спосіб за п. 14, де спосіб додатково включає стадію додавання сільськогосподарського активного інгредієнта, вибраного з групи, яка складається з: пестицидів, артроподицидів, бактерицидних засобів, фунгіцидів, гербіцидів, інсектицидів, майтицидів, нематоцидів, добрив, дициандіаміду, інгібіторів уреазы і пестицидних сумішей і їхніх синергічних сумішей, до складу.