(19) Országkód

HU

MAGYAR KÖZTÁRSASÁG

MAGYAR SZABADALMI HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

215 786 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 93 02159
(22) A bejelentés napja: 1993. 07. 26.
(30) Elsőbbségi adatok:
07/920,237 1992. 07. 27. US

(51) Int. Cl.[6]

A 01 N 65/00

(40) A közzététel napja: 1995. 08. 28.
(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi Közlönyben: 1999. 03. 01.

(72) Feltaláló:
Zev, Lidert, Doylestown, Pennsylvania (US)

(73) Szabadalmas:
Rohm and Haas Co., Philadelphia, Pennsylvania (US)

(74) Képviselő:
DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft., Budapest

(54) Eljárás stabil margosa (Azadirachta indica) mag extraktum előállítására

KIVONAT

A találmány értelmében
a) az őrölt margosamagot vagy részlegesen héjmentesített margosamagot hexánnal olajtalanítva olajmentes pogácsát állítanak elő,
b) az olajmentes pogácsát metanollal extrahálják és szűrik,
c) ez után vagy
(i) a metanolt eltávolítva száraz extraktumot nyernek, a száraz extraktumot metanolban oldják, és 35/65 térfogatarányig vízzel hígítják, vagy
(ii) a metanolt bepárolva, legalább 65 tömeg% illékony részt tartalmazó koncentrátumot állítanak elő, és ezt vízzel 5/95–45/55 metanol/víz térfogatarányig hígítják,
d) a vizes metanolos fázist elválasztják a szilárd szennyeződésektől,
e) a vizes metanolos fázist vizes sóoldattal hígítják,
f) a hígított oldatot vízzel nem elegyedő oldószerrel extrahálják, és
g) a kapott szerves oldatot szárítják, és kívánt esetben az oldószert eltávolítják.

HU 215 786 B

A találmány tárgya új eljárás a margosafa (Azadirachta indica Juss.) magjából nyerhető stabil extraktum előállítására, amely anyag inszekticidként alkalmazható, valamint az ilyen extraktumot tartalmazó készítmény és eljárás inszekticidként történő alkalmazására.

Folyamatos kutatás folyik olyan készítmények kidolgozására, amelyek egyesítik a kiváló inszekticid hatékonyságot, és a növényekre és emlősökre gyakorolt alacsony toxicitást, mivel folyamatosan fennálló igény mutatkozik olyan vegyületekre, amelyek fokozott inszekticid hatékonysággal és jobb szelektivitással rendelkeznek, emellett kevésbé károsítják a környezetet, előállítási költségük alacsony, és az ismert inszekticidekre rezisztens rovarokra is hatékonyak.

A margosafa különböző részeit Indiában régóta használják gyógyászati és inszekticid hatása miatt. Ez a szubtrópusi fa India, Pakisztán és Srí Lanka száraz területein, valamint Délkelet-Ázsia és Afrika egyes részein honos.

Bár a fa minden része természetes rezisztenciát mutat a betegségekkel szemben, a legnagyobb rezisztencia a magoknál jelentkezik. A mag készítményei és extraktuma különböző növényi betegségek ellen, így gyapjaslepke, japánbogár, levéltetű, dohánybimbóféreg és gyapotmagfuróbogár ellen hatásos (Chem. and Engineering News, 46–51 (1985. május 27.); U. S. Dep. Agric. Rev. Man. ARM–NE–4). A margosamag-extraktumot ezért széles spektrumú inszekticidnek tekintik.

Bár a margosamagból inszekticid hatóanyag extrahálható ki, széles körű felhasználását gátolja a kiszerelt extraktum instabilitása. Emellett az extraktum a mag gombás fertőzéséből származó, nemkívánatos alfatoxint tartalmazhat.

Az irodalmi adatok szerint laboratóriumi körülmények között legalább 25 tömeg% azadirachtint tartalmazó extraktum állítható elő, gazdaságosan és nagy méretekben alkalmazható eljárás még nem ismert.

A nyers margosaextraktum előállítására szolgáló ismert eljárások az alábbi lépésekből állnak:

a) a megőrölt margosamagot poláros oldószerrel, így metanollal vagy etanollal extrahálják, majd szűrik,
b) az oldószert a szűrletből csökkentett nyomáson végzett lepárlással eltávolítják, és így száraz extraktumot kapnak,
c) a száraz extraktumot vízzel nem elegyedő poláros szerves oldószer, így etil-acetát és telített, vizes nátrium-klorid-oldat elegyében oldják, és
d) a szerves fázist elválasztják, szárítják, és az oldószert eltávolítják, így félig tisztított extraktumot kapnak.

Az ismert eljárással kapott extraktum nagy mennyiségű hidrofób szerves szennyező anyagot és legfeljebb 10 tömeg% azadirachtint tartalmaz. Nagyobb tisztaságú extraktumok is ismertek, de előállításuk gazdaságtalan és csak kis léptékben megvalósítható kromatográfiás lépést igényel.

Több eljárás ismert a hidrofób anyagok kromatográfiás lépés nélküli eltávolítására. Így például Journal of Liquid Chromatography, *10* (6), 1151 (1987) szerint a nyers metanolos extraktumot a tisztítás érdekében 50%-os vizes metanolban oldják, majd a kapott oldatot hexánnal extrahálják. Az EP 0 311 284 számú irat szerint a hidrofób anyagok eltávolítására többszörös hexános extrahálást alkalmaznak. Más szerzők az olajat a megőrölt magból apoláros oldószerrel, így hexánnal távolítják el a poláros oldószerrel végzett extrahálás előtt. Ezek a megoldások azonban nem hatásosak, mivel a nyers metanolos vagy etanolos extraktum a hexánban oldódó olajtól eltekintve, nagy mennyiségű más hidrofób szennyeződést is tartalmaz, amelyek apoláros oldószerben, így hexánban csak rosszul oldódnak.

A 4 556 562 számú USA-beli szabadalmi leírás vizes, tárolható margosaextraktumot ismertet. A 4 946 681 számú USA-beli szabadalmi leírás az alkoholos margosamag-extraktumot víznek molekulaszűrővel történő eltávolításával stabilizálja.

A fenti előnyök ellenére szükség van egy gazdaságos, stabil készítmény kidolgozására, amely növénybetegségek ellen alkalmazható, és előnyösen alfatoxintól mentes.

Azt találtuk, hogy fokozott stabilitású, azadirachtint tartalmazó extraktum állítható elő.

A találmány tárgya tehát eljárás stabil margosamag-extraktum előállítására oly módon, hogy

a) az őrölt margosamagot vagy részlegesen héjmentesített margosamagot hexánnal olajtalanítva olajmentes pogácsát állítunk elő,
b) az olajmentes pogácsát metanollal extraháljuk, és szűrjük,
c) ez után vagy
   (i) a metanolt eltávolítva száraz extraktumot nyerünk, 3 tömegrész száraz extraktumot 7 tömegrész metanolban oldunk, és 35/65 térfogatarányig vízzel hígítjuk,
   vagy
   (ii) a metanolt bepárolva legalább 65 tömeg% illékony részt tartalmazó koncentrátumot állítunk elő, és ezt vízzel 5/95–45/55, előnyösen 35/65 metanol/víz térfogatarányig hígítjuk,
d) a vizes metanolos fázist elválasztjuk a szilárd szennyeződésektől,
e) a vizes metanolos fázist vizes sóoldattal hígítjuk,
f) a hígított oldatot vízzel nem elegyedő oldószerrel, előnyösen etil-acetáttal extraháljuk, és
g) a kapott szerves oldatot szárítjuk, és kívánt esetben az oldószert eltávolítjuk.

Az ismert egyszerű alkoholos margosamag-extraktum (például 4 556 562 számú USA-beli szabadalmi leírás) a találmány szerinti eljárással legalább 25 tömeg% azadirachtintartalomig tisztítható. Az extraktum stabilitása jobb, mint a legfeljebb 15 tömeg% azadirachtint tartalmazó, kevésbé tiszta extraktum stabilitása.

Kívánt esetben a fenti eljárással kapott extraktum stabilitása enyhe oxidálószerrel végzett utókezeléssel fokozható. Oxidálószerként alkalmazható például hidrogén-peroxid lúgos oldata, alkil-peroxid, például di-*n*-butil-peroxid, sav-peroxid, például perbenzoesav, nátrium-perkarbonát és hasonló anyagok. A fenti reakciót

előnyösen oldószer jelenlétében végezzük, ahol oldószerként alkalmazhatók poláros, szerves oldószerek, így etil-acetát vagy butil-acetát. Oxidálószerként előnyösen használható a hidrogén-peroxid. A hidrogén-peroxid mellett bázisként előnyösen telített nátrium-hidrogénkarbonát-oldatot használunk. Emellett a hidrogén-peroxiddal kezelt extraktum alfatoxintól lényegében mentes, ami származhat például a mag Aspergillus niger fertőzéséből. Továbbá a 4 943 434 számú USA-beli szabadalmi leírás szerinti extraktumot enyhe oxidálószerrel a fent leírt módon kezelve olyan extraktumot kapunk, amely könnyebben hidrogénezhető dihidroazadirachtint tartalmazó, fokozott stabilitású extraktummá.

A találmány szerint előállított extraktum jobban ellenáll az azadirachtin bomlásának. A találmány szerint kezelt extraktumot és kezeletlen extraktumot néhány héten keresztül 54 °C hőmérsékleten hőkezelve, majd az azadirachtin mennyiségét meghatározva azt találtuk, hogy az extraktumban jelentős mértékben csökkent az azadirachtin bomlása, valamint a kéntartalmú anyagok mennyisége.

Előnyös az olyan extraktum, amelyben 54 °C hőmérsékleten 28 napon keresztül végzett tárolás után az azadirachtintartalomnak legfeljebb 25%-a bomlik el.

Különösen előnyös a legfeljebb 4200 ppm kéntartalmú extraktum.

Ez a stabilitás feltehetően azzal magyarázható, hogy a hidrofób anyagokat vízzel kicsaptuk a nyers extraktum metanolos oldatából, és/vagy a hidrogén-peroxid lúgos oldatával utókezelést végeztünk. A találmány tárgyát képezi ezért a margosamag-extraktum stabilitásának fokozására szolgáló eljárás is.

A kapott extraktum azadirachtintartalma általában mintegy 1–85 tömeg%, előnyösen mintegy 25–45 tömeg%.

A találmány szerint előállított extraktum előnyösen alkalmazható készítmények előállításához, ezért a találmány kiterjed a szokásos mezőgazdasági hordozóanyagok mellett hatékony mennyiségben fent ismertetett eljárással előállított, azadirachtint tartalmazó extraktumot tartalmazó inszekticid készítményekre. Az ilyen készítmények előállíthatók például az American Chemical Society: Pesticidal Formulation Research (1969); Advances in Chemistry Series, *86;* Pesticide Formulation (1973) irodalmak szerint. Ezekben a készítményekben a hatóanyagot a szokásos inert mezőgazdasági (vagyis a növényekkel kompatíbilis és/vagy a peszticidekkel inert) hígítóanyagokkal vagy hordozóanyagokkal, így a szokásos szilárd anyagokkal keverjük. Kívánt esetben egyéb segédanyagok is alkalmazhatók, például felületaktív anyagok, stabilizálószerek, habosodásgátlók és lemosódást megakadályozó szerek.

A találmány szerinti készítmények előnyös típusai ismertek, példaként említhetők a vizes oldatok és diszperziók, olajos oldatok és diszperziók, paszták, permetporok, nedvesíthető porok, emulgeálható koncentrátumok, granulátumok, csalétkek, invert emulziók, aeroszolkészítmények és füstölő készítmények.

A készítményeket a szokásos módon állítjuk elő. Ennek során például a hatóanyagot a szokásos diszpergálható, folyékony hordozóanyagban és/vagy diszpergálható szilárd hordozóanyagban oszlatjuk el. Kívánt esetben segédanyagok is alkalmazhatók, így a szokásos felületaktív anyagok, például emulgeálószerek és/vagy diszpergálószerek, amelyek lehetővé teszik például, hogy hígítóanyagként víz alkalmazása esetén segédoldószerként szerves oldószereket is felhasználjunk.

A peszticid hatóanyag megtapadásának elősegítése érdekében porkészítményeknél, granulátumoknál és tejszerű készítményeknél tapadást elősegítő szerként alkalmazhatók például karboxi-metil-cellulóz, természetes és szintetikus polimer, például gumiarábikum, poli(vinil-alkohol), poli(vinil-cellulóz) és poli(vinil-acetát). Nedvesíthető porkészítménynél és granulátumnál csúsztatószerként előnyösen alkalmazható a kalcium-sztearát vagy magnézium-sztearát.

A találmány szerint előállított extraktum önmagában és/vagy szilárd és/vagy folyékony, diszpergálható hordozóanyaggal és/vagy más, ismert hatóanyaggal alkalmazható. Az ismert hatóanyagokra példaként említhetők a növényvédő szerek, így inszekticidek, artropodicidek, nematocidek, fungicidek, baktericidek, rágcsáló elleni hatóanyagok, herbicidek, trágyázószerek, növekedésszabályozó szerek és szinergisták. A találmány szerint előállított extraktumot előnyösen a felhasználási területhez alkalmazkodó, adagolható készítmény, így oldat, emulzió, szuszpenzió, por, paszta vagy granulátum formájában alkalmazzuk.

A kereskedelmi forgalmazás szempontjából előnyösek az olyan hordozós készítmények, amelyek a stabilizált extraktumot általában 0,1–99 tömeg%, előnyösen 1–75 tömeg% mennyiségben tartalmazzák.

Egyes készítmények stabilizáló hatást fejtenek ki a bennük lévő azadirachtin hatóanyagra, amely feltehetően abból ered, hogy a diszpergálás következtében megvédik a hatóanyagot a nedvességtől és a napfénytől.

Az extraktumot tartalmazó készítmény a szokásos módon alkalmazható, például nagy- vagy kisméretű hidraulikus permet, ultrakistérfogatú permet, légbuborékos permet vagy por formájában.

A találmány tárgya továbbá eljárás rovarok szelektív irtására, amelynek során hatékony mennyiségben találmány szerint előállított stabilizált extraktumot alkalmazunk önmagában vagy hordozós készítmény formájában. Ennek során a hatóanyagot önmagában vagy készítmény formájában, adott esetben más inszekticidekkel vagy fungicidekkel együtt a rovarokra vagy azok életterébe, vagyis a megvédendő területre, például növénykultúrára juttatjuk.

A felhasználásra kerülő készítményextraktum koncentrációja különböző faktoroktól függ, ilyen például az alkalmazott készülék, az alkalmazás módja, a kezelt terület, a kezelt rovar, és a fertőzés súlyossága. A fent említett komponensek mellett a találmány szerinti készítmény a növényvédő szereknél szokásos egyéb komponenseket is tartalmazhatja.

A találmányt közelebbről az alábbi példákkal mutatjuk be anélkül, hogy az oltalmi kör a példákra korlátozódna.

1. példa

1. számú extraktum (stabilizálatlan azadirachtin)

1027 kg margosamagból eltávolítjuk a kemény belső magot, majd először standard mechanikai olajkiválasztó alkalmazásával, másodszor standard ellenáramú Crown-Iron oldószeres extraktorban hexánnal extrahálva olajmentesítjük. Ugyanebben az extraktorban 701 kg olajmentesített magot metanollal extrahálunk, 1:3 mag/metanol tömegarány mellett.

A hígított metanolos extraktumot kicsapva 70 kg félig szilárd anyagot kapunk, amit 160 kg sóoldat és 160 kg etil-acetátot tartalmazó reakcióedénybe viszünk át. Az elegyet 0,5 órán keresztül kevertetjük, majd a fázisokat hagyjuk szétválni. A felső szerves fázist 40 kg sóoldattal mossuk, 2 kg magnézium-szulfáton szárítjuk, és kicsapjuk. Így 13 kg 1. számú extraktumot kapunk, amely 1,3 kg (10%) azadirachtint tartalmaz. Az extraktum azadirachtintartalma szobahőmérsékleten gyorsan elbomlik.

2. példa

2. számú extraktum (5,9 tömeg% azadirachtin)

25 g 1. számú extraktumot, amely 5,1 tömeg% azadirachtint tartalmaz, 140 g etil-acetátban oldunk. Az oldathoz 30 g telített nátrium-hidrogén-karbonát-oldatot, majd 6 g 30%-os hidrogén-peroxidot adunk, és 45 percen keresztül 45–50 °C hőmérsékleten, majd 15 percen keresztül 55 °C hőmérsékleten kevertetjük. A fázisok szétválása után a felső szerves fázist kevés nátrium-hidrogén-szulfitot tartalmazó sóoldattal mossuk. Ez után a felső szerves fázist elválasztjuk, magnézium-szulfáton szárítjuk, szűrjük, csökkentett nyomáson bepároljuk, és szárítjuk. Így 20 g 2. számú extraktumot kapunk, amely 5,9 tömeg% azadirachtint tartalmaz.

3. példa

3. számú extraktum (7,6 tömeg% azadirachtin)

2 g 2. számú extraktumot 20 g hexánnal keverünk 1 órán keresztül, majd szűrjük. A leszűrt pogácsát egy éjszakán keresztül csökkentett nyomáson szárítjuk, és így 3. számú extraktumot kapunk, amely 7,6 tömeg% azadirachtint tartalmaz.

4. példa

4. számú extraktum (31 tömeg% azadirachtin)

3200 kg részben héjmentesített margosamagot a szokásos módon mechanikai olajleválasztással és hexános extrahálással olajmentesítünk. 1400 kg olajmentesített margosapogácsát 7000 kg metanolban megőrölünk. A szilárd részek eltávolítása után a tiszta metanolos extraktumot 366 kg-ra betöményítjük. A koncentrátumhoz 596 kg vizet adunk kevertetés mellett, majd 30 perc elteltével a csapadékot kiszűrjük. A tiszta folyadékfázist 1080 kg sóoldattal hígítjuk, és 571,5 kg etil-acetáttal extraháljuk. Az extrahálást 202 kg etil-acetáttal megismételjük, majd az egyesített etil-acetátos fázist bepároljuk. A kapott 31 kg koncentrátumhoz 27 kg telített nátrium-hidrogén-karbonát-oldatot adunk, amely 5,4 kg 35%-os hidrogén-peroxidot tartalmaz. Az elegyet kevertetés közben 55 °C hőmérsékletre melegítjük, 30 percen keresztül ezen a hőmérsékleten kevertetjük, majd hagyjuk szobahőmérsékletre hűlni. A fázisokat szétválasztjuk, és a felső szerves fázist nátrium-szulfáton szárítjuk, szűrjük, és bepároljuk. Így 12,8 kg 4. számú extraktumot kapunk, amely 31 tömeg% azadirachtint tartalmaz.

5. példa

Nedvesíthető porkészítmény

Találmány szerint stabilizált extraktumot tartalmazó nedvesíthető porkészítményt (WP) állítunk elő az alábbi összetételek szerint:

a) 20 WP

stabilizált extraktum (30 tömeg% azadirachtin)	66,6 tömeg%
Sellogen DFL (módosított alkil-naftalin-szulfonát, Rhone-Poulenc)	2,0 tömeg%
Tamol 731 (egy karboxilezett polielektrolit nátriumsója, Rohm and Haas)	5,0 tömeg%
HiSil 233 (szilikagél, PPG)	26,4 tömeg%
	100,0 tömeg%

A készítményt kalapácsmalomban 0,5 mm-es szitán őröljük, majd 3 μm szemcseméretig porítjuk. A kapott nedvesíthető porkészítmény nedvesítési ideje 2 g készítményre számolva, 342 ppm kálium-karbonát keménységű vízben 50 másodperc. A szuszpendálhatóság 342 ppm keménységű vízben, 1 tömeg% koncentrációnál 30 perc elteltével 94%.

b) 75 WP

stabilizált extraktum (80 tömeg% azadirachtin)	93,8 tömeg%
Aerosol OTB (dioktil-nátrium-szulfoszukcinát, American Cyanamid)	1,0 tömeg%
Morwet D425 (nátrium-naftalin-formaldehid-kondenzátum, DeSoto)	5,2 tömeg%
	100,0 tömeg%

A készítményt az a) pont szerint állítjuk elő, és a kapott készítmény hasonló fizikai tulajdonságokkal és inszekticid hatékonysággal rendelkezik.

c) 5 WP

stabilizált extraktum (20 tömeg% azadirachtin)	25,0 tömeg%
Triton X–120 (oktil-polietoxi-etanol hordozón, Union Carbide)	0,5 tömeg%
Toranil B (kalcium-ligninszulfát, Rhinelander Paper)	1,0 tömeg%
Barden-agyag (kaolin föld, Huber)	73,5 tömeg%
	100,0 tömeg%

A készítményt az a) pont szerint állítjuk elő, és a kapott készítmény hasonló fizikai tulajdonságokkal és inszekticid hatékonysággal rendelkezik.

6. példa

Stabilitásvizsgálat és kéntartalom

Az 1–4. számú extraktumokban és az 5. példa a) pontja szerinti 20 WP készítményben meghatározzuk

az azadirachtin mennyiségét és a kéntartalmat, majd 54 °C hőmérsékletű kemencébe helyezzük. Az azadirachtin mennyiségét 14 és 28 nap elteltével ismét meghatározzuk.

Az azadirachtin mennyiségét reverz fázisú HPLC segítségével mérjük, standardként tiszta azadirachtint alkalmazva.

A mérési eredményeket az alábbi táblázatban adjuk meg:

Példaszám	Azadirachtin				Kéntartalom (ppm)
	mennyisége (tömeg%)			bomlása (%)	
	0. nap	14. nap	28. nap	28. nap	
1.	5,1	1,3	0,0	100	6000
2.	5,9	4,4	3,0	49	4200
3.	7,6	6,6	5,7	25	4100
4.	31,0	27,0	26,0	16	1500
5a.	20,0	18,0	18,0	10	–

7. példa

Biológiai aktivitás

28 napon keresztül 0 °C és 54 °C hőmérsékleten végzett tárolás után vizsgáljuk az 1., 2. és 4. példa szerinti extraktum, valamint az 5. példa a) pontja szerinti készítmény biológiai aktivitását.

A vizsgálathoz 2–3 hetes limabab (Phaseolus limensis var. Woods Prolific) növényeket a vizsgált hatóanyagoldattal csurom nedvesre permetezünk. Szárádás után a kezelt leveleket elkülönítjük, és déli seregheryó (Spodoptera eridania) szekunder állapotban lévő lárváival telepítjük be 150, 38, 10 és 2,5 ppm dózis, és dózisonként 10 rovar alkalmazásával. A százalékos pusztulást a 3. és 6. napon mérjük. A mérési eredményeket az alábbi táblázat tartalmazza:

Példaszám	Tárolás (°C)	Pusztulás (%)							
		3 nap				6 nap			
		150 ppm	38 ppm	10 ppm	2,5 ppm	150 ppm	38 ppm	10 ppm	2,5 ppm
1.	0	90	80	10	10	100	100	100	10
	54	20	0	0	0	30	0	0	0
2.	0	90	60	20	0	100	100	100	0
	54	100	40	0	0	100	100	20	0
4.	0	90	70	30	0	100	100	10	10
	54	90	80	20	0	100	100	0	0
5a.	0	100	80	20	10	100	100	100	0
	54	100	100	20	10	100	100	100	20

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás stabil margosamag-extraktum előállítására, *azzal jellemezve,* hogy

a) az őrölt margosamagot vagy részlegesen héjmentesített margosamagot hexánnal olajtalanítva olajmentes pogácsát állítunk elő,

b) az olajmentes pogácsát metanollal extraháljuk, és szűrjük,

c) ez után vagy

(i) a metanolt eltávolítva száraz extraktumot nyerünk, a száraz extraktumot metanolban oldjuk, előnyösen 3:7 extraktum/metanol tömegarányban, és 35/65 térfogatarányig vízzel hígítjuk, vagy

(ii) a metanolt bepárolva legalább 65 tömeg% illékony részt tartalmazó koncentrátumot állítunk elő, és ezt vízzel 5/95–45/55, előnyösen 35/65 metanol/víz térfogatarányig hígítjuk,

d) a vizes metanolos fázist elválasztjuk a szilárd szennyeződésektől,

e) a vizes metanolos fázist vizes sóoldattal hígítjuk,

f) a hígított oldatot vízzel nem elegyedő oldószerrel, előnyösen etil-acetáttal extraháljuk, és

g) a kapott szerves oldatot szárítjuk, és kívánt esetben az oldószert eltávolítjuk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve,* hogy az extraktumot oxidálószerrel, előnyösen poláros szerves oldószerben, különösen előnyösen etil-acetátban vagy butil-acetátban utókezeljük.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve,* hogy oxidálószerként hidrogén-peroxid lúgos oldatát, vagy alkil-peroxidot, előnyösen di-*n*-butil-peroxidot, vagy sav-peroxidot, előnyösen perbenzoesavat vagy nátrium-perkarbonátot alkalmazunk.

4. A 2. vagy 3. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve,* hogy oxidálószerként lúgos hidrogén-peroxid-oldatot és lúgos oldatként nátrium-hidrogén-karbonátos oldatot alkalmazunk.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve,* hogy az a) lépés szerinti olajmentesítés megvalósításához a magot hexánnal kevertetjük, majd szűrjük, vagy az olajat mechanikailag kivonjuk, és az olajmaradékot kívánt esetben extraháljuk.

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás olyan extraktum előállítására, amelyben 54 °C hőmérsékleten 28 napon keresztül végzett tárolás után az azadirachtintartalomnak legfeljebb 25%-a bomlik el, *azzal jellemezve,* hogy a megfelelő módon járunk el.

7. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás legfeljebb 4200 ppm kéntartalmú extraktum előállítására, *azzal jellemezve,* hogy a megfelelő módon járunk el.

8. Az 1–7. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve,* hogy a stabilizált extraktumot nedvesíthető porkészítménnyé alakítjuk.

9. Inszekticid készítmény, *azzal jellemezve,* hogy hatékony mennyiségben 1–8. igénypontok bármelyike szerint előállított extraktumot tartalmaz, a szokásos mezőgazdasági hordozóanyagok mellett.

10. Eljárás margosamag-extraktum stabilizálására, *azzal jellemezve,* hogy az 1–8. igénypontok bármelyike szerinti eljárást valósítjuk meg.

Kiadja a Magyar Szabadalmi Hivatal, Budapest
A kiadásért felel: Törőcsik Zsuzsanna osztályvezető
Windor Bt., Budapest