

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

210 697 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 92 02911
(22) A bejelentés napja: 1991. 02. 27.
(30) Elsőbbségi adatok:
491 584 1990. 03. 12. US
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/US 91/01105
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 91/13546

(51) Int. Cl.⁶

A 01 N 25/12
A 01 N 25/14

(40) A közzététel napja: 1993. 03. 01.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1995. 06. 28.

(72) Feltalálók:

Geigle, William Lawrence, Downs, Illinois (US)
Wysong, Robert David, Talleyville, Delaware (US)
Sandell, Lionel Samuel, Wilmington, Delaware (US)

(73) Szabadalmas:

E. I. Du Pont de Nemours and Co.,
Wilmington, Delaware (US)

(74) Képvisező:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54)

Hőaktivált kötőanyagot tartalmazó, vízben diszpergálható vagy vízoldható peszticid granulátumkészítmény

(57) KIVONAT

A találmány szerinti, vízben diszpergálható vagy vízoldható peszticid granulátumkészítmény legalább 10% légüres teret és 150–4000 µm méretű agglomerátumokat tartalmaz. Az agglomerátumok 5–95 tömeg%-ban peszticid részecskéket, 5–40 tömeg% vízoldható hő-aktivált kötőanyagot, amelynek olvadáspontja 40–120 °C, a lágylásponja és a megszilárdulásának kezdete közötti különbség kisebb mint 5 °C, a hidrofíliofíli egyensúlyi értéke 14–19, az oldódási

ideje legfeljebb 50 perc; az olvadék viszkozitása legalább 0,2 Pa.s, és adott esetben legalább egy

- (i) felítató, fizikailag duzzadó vagy gáztermelő szét-
esést elősegítő szert;
(ii) összetapadás ellenes szert;
(iii) kémiai stabilizátort;
(iv) felületaktív szert (nedvesítő- vagy diszpergáló-
szert)
vagy ezek elegyét tartalmazza.

A találmány tárgy vízben diszpergálható vagy vízoldható peszticid granulátumok.

Általában a vízben diszpergálható vagy vízoldható készítményeket a következő eljárások valamelyikével állítják elő: (1) vizes (vagy oldószeres) permetezést és ezt követő szárítást, mint például tálcás vagy fluidizált ágyas granulálást, nagy intenzitású keverést, granulálást, permetezve szárítást vagy a hatóanyag (vagy ennek oldatát) egy előformázott hordozóra történő permetezését magukba foglaló eljárásokkal, vagy (2) megfelelő formára történő tömörítést magukba foglaló eljárásokkal, mint például préseléssel, tablettázással vagy extrudálással.

Az 52/30 577 számú japán szabadalmi bejelentésben lassú-hatóanyagkibocsátású agrokémiai-karbamid műtrágyákat ismertetnek, amelyeket agrokémikáliákat, poli(oxi-etilén)-t, nem-ionos felületaktív anyagokat és karbamidot tartalmazó folyadékból vagy szerves oldószeres oldatból alakítanak ki.

A 4 707 287 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban bizonyos enzimek peroxisav öblítő granulátumokkal szembeni védelmét ismertetik. A szabadalmi leírásban ismertetett javított tulajdonságú granulált enzim-készítmény egy enzim-magból és egy alkalikus puffer-só védőburkolatból áll. A szabadalmi leírásban egyéb, granulálószerként alkalmazható viaszos anyag között általánosságban megemlíti az „alkil-aril-etoxilátokat”, azonban semmiféle kitanítást nem adnak a jelen találmányunk tárgyát képező specifikus hő-aktivált kötőanyagok egyikére sem.

A találmány tárgya gyorsan vízben diszpergálódó vagy vízoldható peszticid granulátum készítmény, amely vízoldható, hőaktivált kötőanyag (továbbiakban: HAB) szilárd hídjaival összekötött szilárd peszticid részecskék agglomerátjaiból áll. A találmány szerinti granulátum készítmény legalább 10%, előnyösen 20% vagy ennél több légüres teret és 150–4000 µm méretű agglomerátumokat tartalmaz, amely agglomerátumok

5–95 tömeg%-ban, előnyösen 20–80 tömeg%-ban peszticid részecskéket vagy peszticid részecskék elegyét, amely peszticid részecskék mérete 1–50 µm, vagy ha a peszticid vízoldható, ennél nagyobb;

5–40 tömeg%, előnyösen 10–30 tömeg% álló hő-aktivált kötőanyagot (HAB),

amelynek olvadáspontja: 40–120 °C, előnyösen 45–100 °C; lágyuláspontja és a megszilárdulásának kezdete közötti különbség kisebb, mint 5 °C, előnyösen kisebb, mint 3 °C; a hidrofíliofil egyensúlyi érték (HLB): 14–19, előnyösen 16–19; oldódási ideje legfeljebb 50 perc; olvadék viszkozitása legalább 0,2 Pa · s, előnyösen 1,0 Pa · s vagy ennél nagyobb, még előnyösebben 2,0 Pa · s vagy ennél nagyobb; és adott esetben legalább egy

- (i) felítató, fizikailag duzzadó vagy gáztermelő, szét-
esést elősegítő szer;
- (ii) összetapadás ellenes szer;
- (iii) kémiai stabilizátort;
- (iv) felületaktív szer (nedvesítő- vagy diszpergáló-
szer) vagy ezek elegyét tartalmazza.

A készítmény vízzel gyorsan, jó minőségű diszperziót (vagy oldatot képez, kopásnak ellenálló (nem porosodó), kémiaileg stabil és nem tapad össze. Az agglomerátumok vagy granulátumok mérete 150–4000 µm, előnyösen 250–1500 µm.

A legismertebb módszer szerint a mezőgazdasági peszticideket úgy alkalmazzák, hogy azokat keverőtartályokban egy oldószerrel vagy egy nem-oldószer folyadékkal hígítják, majd a kapott oldatot vagy diszperziót permetezik. A nem-vizes oldószeres növekvő ára és néhányuk toxikussága miatt egyre népszerűbbek a vízoldható vagy vízben diszpergálható készítmények. Az ilyen készítményekben a hígításkor képződő diszpergált részecskék legnagyobb mérete nem haladhatja meg az 50 mikront, hogy a készítmény a permetező fúvókát ne tömítse el, illetve ne ülepedjen ki a peszticid egyenlőtlenül kijutását okozván ezáltal. Következésképpen szükséges, hogy a formált készítmények összes komponense a hígítóvízben gyorsan és teljes mértékben diszpergálódjon vagy feloldódjon.

Vízoldható vagy vízben diszpergálható granulátumok előállítására szokásosan alkalmazott módszerek az alábbi műveletekből állnak:

1. oldószerpermetezés, mint például fluidizált ágyas vagy tálcás granulálás vagy előformált hordozó granulátumokra egy peszticid hatóanyag felvitele, vagy
2. tömörítés, mint például tablettázás vagy extrudálás.

A fluidizált ágyas vagy tálcás granuláló eljárásokkal készített granulátumok vizes hígítás után általában permetezhetők, míg az impregnált vagy formára tömörített készítmények általában szárazon és mechanikusan, például szóróberendezések segítségével juttathatók ki. Az oldószer-permetezési eljárások vízben gyorsan diszpergálódó granulátumokat eredményezhetnek, azonban ezek az eljárások drágák, mivel egy szárítólépést is tartalmaznak, és nagy a helyigényük is, mivel kivitelezésükhöz nagyméretű berendezésekre van szükség. A formára tömörítő eljárásokkal előállított granulátumok általában vízben lassan diszpergálódnak. További hátrány, hogy mindkét eljárás működtetéséhez gyakran szükség van speciális technológiák alkalmazására.

Sokszor szükség van két vagy több különböző funkciójú peszticid elegyének, mint például egy herbicid és egy inszekticid alkalmazására, abból a célból, hogy a különböző gyomnövények és/vagy kártevők elleni széles spektrumú védelmet kapjunk. Ismert viszont, hogy több egyedi komponens, különösen hosszú tárolás folyamán, fizikailag vagy kémiaileg nem összeférhető. Például a karbamát inszekticidek alkalikus komponensek, míg a szulfonil-karbamid herbicidek savas anyagok jelenlétében instabilak. A kémiai összeférhetetlenséget sokszor nem maga a biológiailag aktív hatóanyag, hanem a kiegészítő peszticidben jelenlévő szennyeződés okozhatja. Ezen problémák miatt kívánatos lenne olyan szemcsékből vagy granulátumokból álló permetezhető, formázott termék kidolgozása, amelyben az összeférhetetlen hatóanyagok fizikailag elkülönítve lennének.

A találmányunk szerinti vízben gyorsan diszpergál-

ható vagy vízdoldható granulátum készítmény hőaktívált kötőanyag (HAB) szilárd hídjaival egymáshoz kötött peszticid részecskék agglomerátumait tartalmazza. A granulátumok legalább 10% légüres teret tartalmaznak, és előnyös méretük 150–4000 µm. A vízben való diszpergálódás elősegítése, a kiüledés meggátlása, valamint a tartályban kivitelezett keverés vagy a felhasználás folyamán a fűvóka/szita eltömődésének megakadályozása érdekében a peszticid részecskék előnyös mérete 1–50 µm, különösen gyenge vízdoldhatóságú peszticidek esetében. A vízdoldható peszticidek szemcsemérete nagyobb lehet.

A találmány szerinti granulátum-készítmények vízben való szétörési ideje 3 perc vagy ennél rövidebb, vízben jól diszpergálódnak, hosszú csőben mért ülepedési értékük 0,02 ml vagy ennél kisebb, kopási értékük 33% vagy ennél kisebb, és további előny, hogy 100 órán át, 45 °C hőmérsékleten és 3,5 kg/cm² nyomáson történő tárolás után sem tapadnak össze.

A találmány szerinti granulátum-készítmények állhatnak eredetileg kémiailag összeférhetetlen peszticid részecskék elegyéből (például vizes permetezéssel, mint például fluidizált ágyas vagy tálcás granulálással készített konvencionális granulátumok), mivel 1. a peszticid részecskéket HAB hidakkal fizikailag elválaszthatjuk egymástól; 2. a granulálás/szárítás folyamán vízre nincs szükség.

A találmány szerinti granulátumok előnye, hogy ugyanabban a granulátumban egymással összeférhetetlen peszticideket tartalmazhat, valamint az alacsony ár. A találmány szerinti granulátumokat egyszerű eljárással állíthatjuk elő, nincs szükség különleges technológia alkalmazására. Az eljárásban könnyen hozzáférhető, kisméretű berendezéseket alkalmazhatunk. Az eljárásban nincs szükség sem költséges porleválasztó rendszerekre, sem helyfoglaló és költséges szárító műveletre.

A találmány szerinti készítményt többféle eljárással (szakaszos vagy folyamatos üzemmódban) állíthatjuk elő, így a következő eljárásokkal:

1. a peszticid részecskéket, a HAB részecskéket és adott esetben adalékanyag részecskéket összerázzuk/összekeverjük és külső hőközlést alkalmazunk addig, amíg a granulátumok megfelelő méretig növekednek, ezután a melegítést megszüntetjük, és a granulátumokat keverés közben, vagy egy külön tartályban pihentetés közben lehűlni hagyjuk;
2. a peszticid részecskéket, a HAB részecskéket és adott esetben az adalékanyag részecskéket intenzív nyírás közben elegyítjük, oly módon, hogy a súrlódási hő hatására a HAB megolvadjon és ezáltal a granulátumok kialakulását okozza, majd az aggregátumokat lehűtjük;
3. a peszticid részecskéket és adott esetben az adalékanyagokat összerázzuk/összekeverjük és az előmelegített és ennek következtében olvadék állapotban lévő hőaktivált kötőanyaggal együtt permetezzük, majd a kapott agglomerátumokat lehűtjük.

Az 1. és 3. eljárásokban az enyhe rázást/keverést kivitelezhetjük például egy fűtött, fluidizált ágyban, egy fűtött keverőben (például lapátos vagy szalagtüpu-

sú keverőkben, V-alakú keverőkben, cikcakk keverőkben, Lodige keverőkben, Nauta keverőkben) fűtött tálcás- vagy dob-granulálóknak. A 3. eljárásban csak a HAB megolvasztásához szükséges hőt kell alkalmazni.

5 A kapott agglomerátumok hűtését ugyanebben a berendezésben vagy ezen kívül is végezhetjük. A 2. eljárásban a nagy-intenzitású rázást/nyírást kivitelezhetjük például Schugi vagy turbulátor-típusú edényben. Az 1. eljárásban a részecskék granulálás előtti összekeverését előnyösen úgy kivitelezük, hogy először összekeverjük a peszticid hatóanyagot és az adalékanyagokat, majd az eleggyel összekeverjük (például rázással) a HAB részecskéket (például 500–1000 µm szemcseméret). A peszticidek egymástól való elkülönülését fokozhatjuk és ezáltal csökkenthetjük az összeférhetetlenséget (különösen, ha az egyik hatóanyag kis mennyiségben van jelen) oly módon, hogy a fő hatóanyag komponensből, a HAB-ból és adalékanyagokból álló részecske-előkeverékből granulátumokat alakítunk ki, majd a még forró granulátumokhoz adagoljuk a kisebb mennyiségű hatóanyagot (és adott esetben további HAB-t); ily módon a másodsorra adagolt hatóanyag-részecskék beágyazódnak az először kialakult granulátumok felületén lévő HAB-rétegbe.

25 „Peszticid” alatt olyan biológiailag hatásos készítményeket értünk, amelyek kártevők elpusztítására, vagy növekedésének gátlására alkalmasak. Ezek a kémiai hatóanyagok mint herbicidek, fungicidek, inszekticidek, nematocidek, akaricidek, miticidek, virucidek, algicidek, baktericidek, növénynövekedést szabályozó szerek és ezek a mezőgazdaságilag megfelelő sóiként közismertek. Előnyösek azok a peszticidek, amelyek olvadáspontja 80 °C felett van, még előnyösebb peszticidek azok, amelyek 100 °C felett olvadnak. A találmány szerinti készítmény kialakításához alkalmazott peszticid-részecskék előnyös mérete 1–50 µm. A megfelelő peszticideket az alábbi 1. táblázatban foglaljuk össze.

1. Táblázat
Herbicidek

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név
1.	acifluorfen	142–160	5-[2-klór-4-(trifluorometil)-fenoxi]-2-nitro-benzoésav
2.	azulam	142–144	metil-[(4-amino-fenil)-szulfonil]-karbamát
3.	atrazin	175–177	6-klór-N-etil-N'-(1-metil-etil)-1,3,4-triazin-2,4-diamin
4.	benzszulfuron	185–188	2-[[[(4,6-dimetoxi-2-pirimidinil)-amino]-karbonil]-amino]-szulfonil]-metil-benzoésav-metil-észter

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név
5.	bentazon	137–139	3-(1-metil-etil)-(1H)-2,1,3-benzotiadiazin-4(3H)-on-2,2-dioxid
6.	brómacil	158–159	5-bróm-6-metil-3-(1-metil-propil)-2,4(1H,3H)-pirimidin-dion
7.	brómozinil	194–195	3,5-dibróm-4-hidroxibenzonitril
8.	klóramben	200–201	3-amino-2,5-diklórbenzoészter
9.	klórimuron etil	>100	2-[[[(4-klór-6-metoxi-2-pirimidinil)-amino]-karbonil]-amino]-szulfonil]-benzoészter
10.	klóroxuron	151–152	N'-[4-(4-klór-fenoxi)-fenil]-N,N-dimetil-karbamid
11.	klórszulfuron	174–178	2-klór-N-[[[(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-amino]-karbonil]-benzozsulfonamid
12.	klórtoluron	147–148	N'-(3-klór-4-metilfenil)-N,N-dimetil-karbamid
13.	klomazon	olaj	2-[(2-klór-fenil)-metil]-4,4-dimetil-3-izoxazolidin-on
14.	cianizin	166–167	2-[[4-klór-6-(etil-amino)-1,3,5-triazin-2-il]-amino]-2-metil-propán-nitril
15.	dazomet	104–105	tetrahidro-3,5-dimetil-2H-1,3,5-tiadiazin-2-tion
16.	dezmedifan	120	etil-<3-[[[(fenil-amino)-karbonil]-oxi]-fenil]->karbamát
17.	dikamba	114–116	3,6-diklór-2-metoxibenzoészter
18.	diklórbenzil	139–145	2,6-diklórbenzonitril
19.	diklóroprop	117–118	(±)-2-(2,4-diklórfenoxi)-propánsav
20.	difenamid	134–135	N,N-dimetil-α-fenilbenzolacetamid
21.	dipropetrin	104–106	6-(etil-tio)-N,N'-bisz(1-metil-etil)-1,3,5-triazin-2,4-diamin

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név	
5	22.	diuron	158–159	N'-(3,4-diklórfenil)-N,N-dimetil-karbamid
10	23.	tiameturon	>100	3-[[[(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-amino]-karbonil]-amino]-szulfonil]-2-tiofén-karbonsav-metil-észter
15	24.	–	>100	2-[[[N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metil-amino]-karbonil]-amino]-szulfonil]-benzoészter
20	25.	fenak	156	2,3,6-triklór-fenil-ecetsav
25	26.	fenuron	133–134	N,N-dimetil-N'-fenil-karbamid
25	27.	fluometuron	163–164	N,N-dimetil-N'-[3-(trifluor-metil)-fenil]-karbamid
30	28.	fluoridon	151–154	1-metil-3-fenil-5-[3-(trifluor-metil)-fenil]-4(1H)-piridinon
30	29.	fomezafen	220–221	5-[2-klór-4-(trifluor-metil)-fenoxi]-N-(metil-szulfonil)-2-nitrobenzamid
35	30.	glifozat	200	N-(foszfono-metil)-glicin
40	31.	hexacinon	115–117	3-ciklohexil-6-(dimetil-amino)-1-metil-1,3,5-triazin-2,4(1H,3H)-dion
45	32.	imazameta-benz	>100	6-(4-izopropil-4-metil-5-oxo-2-imidazolin-2-il)-m-toluolsav-metil-észter és 6-(4-izopropil-4-metil-5-oxo-2-imidazolin-2-il)-p-toluolsav-metil-észter
50	33.	imazakvin	219–222	2-[4,5-dihidro-4-metil-4-(1-metil-etil)-5-oxo-1H-imidazol-2-il]-3-kinolin-karbonsav
55	34.	imzetapir	172–175	(±)-2-[4,5-dihidro-4-metil-4-(1-metil-etil)-5-oxo-1H-imidazol-2-il]-5-etil-3-piridin-karbonsav
60				

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név
35.	joxinil	209	4-hidroxi-3,5-dijód-benzonitril
36.	izoproturon	155–156	N-(4-izopropil-fenil)-N',N'-dimetil-karbamid
37.	izouron	119–120	N'-[5-(1,1-dimetil-etil)-3-izoxazolil]-N,N-dimetil-karbamid
38.	izoxaben	176–179	N-[3-(1-etil-1-metil-propil)-5-izoxazolil]-2,6-dimetoxibenzamid
39.	karbutilát	176–178	3-[[[dimetil-amino]-karbonil]-amino]-fenil-(1,1-dimetil-etil)-karbamát
40.	lenacil	316–317	3-ciklohexil-6,7-dihidro-1H-ciklopenta-pirimidin-2,4-(3H,5H)-dion
41.	MCPA	100–115	(4-klór-2-metil-fenoxi)-ecetsav
42.	MCPB	100	4-(4-klór-2-metil-fenoxi)-butánsav
43.	mefluidid	183–185	N-<2,4-dimetil-5-[[[trifluor-metil]-szulfonil]-amino]-fenil>-acetamid
44.	metabenz-tiazuron	119–120	1,3-dimetil-3-(2-benzotiazolil)-karbamid
45.	metazol	123–124	2-(3,4-diklór-fenil)-4-metil-1,2,4-oxadiazolidin-3,5-dion
46.	metribuzin	125–126	4-amino-6-(1,1-dimetil-etil)-3-(metiltio)-1,2,4-triazin-5(4H)-on
47.	metszulfuron-metil	163–166	2-[[[(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-amino]-karbonil]-amino]-szulfonil]-benzoesav-metil-észter
48.	monuron	174–175	N'-(4-klór-fenil)-N,N-dimetil-karbamid
49.	naptalam	185	2-[(1-naftil-amino)-karbonil]-benzoesav
50.	neburon	102–103	1-butil-3-(3,4-diklór-fenil)-1-metil-karbamid

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név
51.	nitralin	151–152	4-(metil-szulfonil)-2,6-dinitro-N,N-dipropil-anilin
52.	norflurazon	174–189	4-klór-5-(metil-amino)-2-[3-(trifluor-metil)-fenil]-3(2H)-piridazinon
53.	orizalin	141–142	4-(dipropil-amino)-3,5-dinitro-benzol-szulfonamid
54.	perfluidon	142–144	1,1,1-trifluor-N-[2-metil-4-(fenil-szulfonil)-fenil]-metán-szulfonamid
55.	fenmedifam	143–144	3-[(metoxi-karbonil)-amino]-fenil-(3-metil-fenil)-karbamát
56.	pikloram	>215 (bomlik)	4-amino-3,5,6-triklór-2-piridin-karbonsav
57.	prometrin	118–120	N,N'-bisz(1-metil-etil)-6-(metil-tio)-1,3,5-triazin-2,4-diamin
58.	pronamid	155–156	3,5-diklór-N-(1,1-dimetil-2-propinil)-benzamid
59.	propazin	212–214	6-klór-N,N'-bisz(1-metil-etil)-1,3,5-triazin-2,4-diamin
60.	pirazon	205–206	5-amino-4-klór-2-fenil-3(2H)-piridazinon
61.	sziduron	133–138	N-(2-metil-ciklohexil)-N'-fenil-karbamid
62.	szimazin	225–227	6-klór-N,N'-diethyl-1,3,5-triazin-2,4-diamin
63.	szulfometuron-metil	182–189	2-[[[(4,6-dimetil-2-pirimidinil)-amino]-karbonil]-amino]-szulfonil]-benzoesav-metil-észter
64.	tebutiuron	161–164	N-[5-(1,1-dimetil-etil)-1,3,4-tiadiazol-2-il]-N,N'-dimetil-karbamid
65.	terbacil	175–177	5-klór-3-(1,1-dimetil-etil)-6-metil-2,4-(1H,3H)-pirimidindion
66.	terbutilazin	177–179	2-(terc-butil-amino)-4-klór-6-(etil-amino)-s-triazin

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név
67.	terbutrin	104–105	N-(1,1-dimetil-etil)-N'-etil-6-(metil-tio)-1,3,5-triazin-2,4-diamin
68.	triklopir	148–150	[(3,5,6-triklór-2-piridinil)-oxi]-ecetsav
69.	2,4-D	140	(2,4-diklór-fenoxi)-ecetsav
70.	2,4-DB	119–120	4-(2,4-diklór-fenoxi)-butánsav
71.	triaszulfuron	>100	[3-(6-metoxi-4-metil)-1,3,5-triazin-2-il]-1-[2-(2-klór-etoxi)-fenil-szulfonil]-karbamid
72.	primiszulfuron	>100	{2-/3-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il-ureido-szulfonil]-benzoesav-metil-észter}
73.	-	>100	{2-/3-[4,6-bisz(difluor-metoxi)-pirimidin-2-il-ureido-szulfonil]-benzoesav-metil-észter}
74.	NC-311	170–172	{5-pirazol-szulfonamid-N-[(4-metoxi-6-metil-pirimidin-2-il)-amino-karbonil]-4-metoxi-karbonil-1-metil}
75.	-	160–162	N-[(4,6-dimetoxi-2-pirimidinil)-amino]-karbonil}-3-(etil-szulfonil)-2-piridin-szulfonamid
76.	-	152–159	2-[<{[(4,6-dimetoxi-2-pirimidinil)-amino]-karbonil}-amino>-szulfonil]-N,N-dimetil-3-piridin-karboxamid
77.	-	204–206	metil-2-[<{[(4-etoxi-6-(metil-amino)-1,3,5-triazin-2-il)-amino]-karbonil}-amino>-szulfonil]-benzoát
<i>Fungicidek</i>			
78.	karbendazim	302–307	metil-2-benzimidazol-karbamát
79.	tiuram	146	tetrametil-tiuram-diszulfid
80.	dodin	136	n-dodecil-guanidin-acetát

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név	
5	81.	klóroneb	133–135	1,4-diklór-2,5-dimetoxi-benzol
	82.	kimoxanil	160–161	2-ciano-N-etil-karbamoil-2-metoxi-imino-acetamid
10	83.	kaptan	178	N-triklór-metil-tio-tetrahydroftalamid
	84.	folpet	177	N-triklór-metil-tio-ftál-imid
15	85.	tiofanat-metil	195	dimetil-4,4'-(o-fenilén)-bis(3-tio-allofanát)
	86.	tiabendazol	304–305	2-(tiazol-4-il)-benzimidazol
20	87.	klórtalonil	240–241	tetraklór-izoftalonnitril
	88.	dikloran	195	2,6-diklór-4-nitroanilin
25	89.	kaptafol	160–161	cisz-N-[1,1,2,2-tetraklór-etil-tio]-ciklohex-4-én-1,2-dikarboximid
	90.	iprodition	133–136	3-(3,5-diklór-fenil)-N-(1-metil-etil)-2,4-dioxo-1-imidazolidin-karboxamid
30	91.	vinklozolin	108	3-(3,5-diklór-fenil)-5-etenil-5-metil-2,4-oxazolidin-dion
35	92.	kazugamicin	202–204 (bomlik)	kazugamicin
	93.	triadimenol	121–127	β-(4-klór-fenoxi)-α-(1,1-dimetil-etil)-1-H-1,2,4-triazol-1-etanol
40	94.	flutriafol	130	+α-(2-fluor-fenil)-α-(4-fluor-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-etanol
45	95.	fluzilazol	52–53 HCl 201–203	1-[[bis(4-fluor-fenil)-metil-szilil]-metil]-1H-1,2,4-triazol
50	96.	hexakonazol	111	(±)-α-butyl-α-(2,4-diklór-fenil)-1H-1,2,4-triazol-1-etanol
55	97.	fenarimol	117–119	α-(2-klór-fenil)-α-(4-klór-fenil)-5-piridin-metanol
<i>Baktericidek</i>				
60	98.	oxitetraciklin-dihidrát	181–182 (bomlik)	oxi-tetraciklin-dihidrát

Vegyület sor-száma	Közismert név	Olvadáspont (°C)	Kémiai név
<i>Akaricidok</i>			
99.	hexatiazox	108–109	transz-5-(4-klór-fenil)-N-ciklohexil-4-metil-2-oxo-3-tiazolidin-karboxamid
100.	oxitiokinox	169–170	6-metil-1,3-ditiol-[2,3-B]-kinonolin-2-on
101.	dienoklor	122–123	bisz(pentaklór-2,4-ciklopentadién-1-il)
102.	cihexatin	245	tricyklohexil-ón-hidroxid
<i>Inszekticidok</i>			
103.	karbofurán	150–152	metil-karbaminsav 2,3-dihidro-2,2-dimetil-7-benzofuranil-észter
104.	karbaril	142	metil-karbaminsav 1-naftil-észter
105.	tiodikarb	173–174	dimetil-N,N'-[tio-bisz-(N-metil-imino)-karboniloxi]-bisz(etán-imidotioát)
106.	deltametrin	98–101	α-ciano-3-fenoxibenzil-cisz-3-(2,2-dibróm-vinil)-2,2-dimetil-ciklopropán-karboxilát

„Hőaktivált kötőanyag” alatt bármilyen olyan felületaktív anyagot értünk, amely egy vagy több, vízben gyorsan oldódó komponensből áll, amely az olvadáspontjához közeli hőmérsékleteken a ragadósság biztosításához elegendő viszkozitással rendelkezik és hő hatására kötőanyagként képes viselkedni. A kötőanyag emelt hőmérsékleten meglágyul és megolvad, ezáltal elég ragadóssá válik ahhoz, hogy a peszticid részecskéket granulátumokká kösse össze. A találmány szerinti készítményben a kötőanyag előnyös mennyisége a készítmény össztömegének 10–30 tömeg%-a. A találmány szerinti készítményben a kötőanyag olvadáspontja 45–100 °C. A találmány szerinti készítmény hőaktivált kötőanyagként előnyösen etilén-oxid/propilén-oxid kopolimereket vagy polietoxilált dinonil-fenolt tartalmaz.

A HAB lehet egy-komponensű vagy több komponensből szilárd állapotban összekevert, összeolvasztott vagy összeoldott több-komponensű. Egy-komponensű HAB-ként előnyösek az etilén-oxid-propilén-oxid-kopolimerek vagy polietoxilált dinonil-fenolok. Egy-komponensű HAB-ként különösen előnyösek az etilén-oxid-propilén-oxid blokk-kopolimerek, amelyek 80 tömeg%-ban etilén-oxidból és 20 tömeg%-ban propilén-oxidból épülnek fel, és a 150 etilén-oxid egységet tartalmazó polietoxilált dinonil-fenol. Az előnyös kopoli-

mer HLB értéke 16 és olvadáspontja 45–61 °C. Az előnyös dinonil-fenol-származék HLB értéke 19 és olvadáspontja 48–63 °C.

A találmány szerinti készítmény HAB komponenseinek az alábbi kritériumoknak kell megfelelni;

1. olvadáspont 40–120 °C;
2. hidrofil/liofil egyensúlyi érték (HLB) 14–19;
3. enyhén kevert vízben az oldódás 50 perc vagy ennél rövidebb idő alatt bekövetkezik;
4. olvadék-viszkozitás legalább 0,2 Pa.s; és
5. lágyláspontja és megszilárdulásának kezdete közötti különbség kisebb mint 5 °C.

Nagyon alacsony olvadáspontú HAB a granulátumok összetapadását okozhatja, míg a nagyon magas olvadáspontú HAB megolvasztásához a készítmény előállítása során alkalmazott magas hőmérséklet a peszticid vagy az egyéb komponensek bomlását okozhatja.

A felületi aktivitás, amit a kritikus HLB tartomány fejez ki, azért szükséges, hogy a HAB jól kötődjön a peszticid részecskékhez és ha a granulátumokat vízbe helyezzük, akkor a hidak oldódásának kezdetekor gyors nedvesedés történjen. Nagyon kis HLB értékű anyagok nem teljesen vízzoldhatóak.

A vízben való oldódási sebesség nagyon fontos, hiszen a HLB értéken kívül egyéb tényezők is befolyásolják az oldódást, például a hidratált HAB viszkozitása és gyengén vagy egyáltalában nem kevert vízzel való érintkezésénél egy gélszerű réteg kialakulására való hajlama. Ahhoz, hogy a HAB megfelelően ragadós legyen az olvadáspontjához közeli hőmérsékleteken és ezáltal a peszticid részecskék agglomerációját okozza, fontos, hogy a HAB a fentiekben meghatározott olvadék viszkozitással, illetve lágyláspontja és megszilárdulásának kezdete közötti minimális különbséggel rendelkezzen.

A HAB-t tartalmazó granulátumok adott esetben adalékanyagokat – melyek az ismert granulátumokban szokásosan alkalmazott adalékanyagok is lehetnek – is tartalmazhatnak. Ilyen adalékanyagok lehetnek:

1. Szétesést elősegítő szerek, amelyek felszívják a vizet, fizikailag kitágulnak, vagy gázt fejlesztenek és ezáltal törik szét a granulátumot. A szétesést elősegítő szerek lehetnek például térhálós poli(vinil-pirrolidon), mikrokristályos cellulóz, térhálós nátrium-karboximetil-cellulóz, poliakrilátok és metakrilátok sói, nátrium- vagy kálium-hidrogén-karbonátok, vagy -karbonátok és savak, mint például citromsav vagy fűmásva elegyei. Ezeket a készítmény tartalmazhatja önmagukban vagy együttesen a készítmény össztömegére számítva legfeljebb 30 tömeg% mennyiségben;

2. Összetapadást gátló szerek, amelyek megakadályozzák, hogy meleg raktározási körülmények között a granulátumok összezsomósodjanak. Az összetapadást gátló szerek lehetnek például nátrium- vagy ammónium-foszfátok, nátrium-karbonát vagy -hidrogén-karbonát, nátrium-acetát, nátrium-metaszilikát, magnézium- vagy cink-szulfát, magnézium-hidroxid (adott esetben hidrátok formájában) vagy nátrium-alkil-szulfoszukcinát;

3. Kémiai stabilizátorok, amelyek megakadályozzák a hatóanyag tárolás közbeni bomlását. A kémiai

stabilizátorok például lehetnek alkáliföldfém- vagy átmenetifém-szulfátok, mint például magnézium-, cink-, alumínium- vagy vas-szulfát (adott esetben hidrátok formájában). A kémiai stabilizátorok mennyisége a készítmény össztömegére számítva 1–9 tömeg%;

4. Társ-kötőanyagok, amelyek célja a tulajdonságok, mint például fokozott granulálási hatásosság vagy javított összetapadás-gátlás biztosítása. A társ-kötőanyagok lehetnek például poli(etilén-glikol)-ok, poli(etilén-oxid)-ok, polietoxilált zsírsavak vagy zsíralkoholok, hidratált szeretlen vegyületek, mint például nátrium-szilikát, szorbitol vagy karbamid; a készítmény össztömegére számítva legfeljebb 50 tömeg% mennyiségben;

5. Felületaktív anyagok, amelyek növelik a nedvesítés sebességét és minőségét és elősegítik a granulátumok vízben való diszpergálódását. Sok esetben a diszpergálószer sokkal előnyösebbek, hiszen a HAB maga is rendelkezik nedvesítő tulajdonsággal. A diszpergálószer lehetnek például szulfonált, naftalin (vagy metil-naftalin) és formaldehid kondenzátumok nátrium- vagy ammónium-sói, ligninszulfonátok (adott esetben polietoxilált) nátrium-, kalcium- vagy ammónium-sói; dialkil; diol-alkinek; nátrium-taurátok; vagy maleinsavanhidrid alapú kopolimerek nátrium- vagy ammóniumsói.

A találmány szerinti készítmény kialakításához megfelelő HAB-t a következő vizsgálatokkal azonosíthatjuk:

1. olvadáspontmérés: Differenciál Letapogató Kalorimetriával (DSC) mérve 5 °C/perc fűtési sebességgel. Az olvadás kezdete 40 °C-nál nem lehet alacsonyabb;

2. a hidrofil/lifofil egyensúlyi értéket a teljes lehetséges 1–20 tartományban a McCutcheon's Detergents és Emulsifiers 1971. évi kiadvány, 223. oldalon ismertetett módszer szerint határozzuk meg;

3. a vízben való oldódási sebességet az alábbi eljárással határozzuk meg:

a) 0,15 g vizsgálandó anyagot helyezünk egy 2,8 cm belső átmérőjű mérőhenger aljába;

b) a mérőhengert gőzfürdőre helyezük (vagy a henger alja közelébe fűjt forró levegővel fűtjük) a minta teljes feloldódásáig;

c) a mérőhengert vízszintes felületre helyezük és a mintát 25 °C-ra hűtéssel hagyjuk megszilárdulni; a mérőhenger alján egy vízszintes réteg alakul ki;

d) a mérőhengerbe 25 °C-on 100 ml vizet adunk, és a mérőhenger tartalmát 110 fordulat/perc fordulatszámmal egy 16,5 mm magas, 18 mm széles és 1,5 mm vastag derékszögű fém vagy műanyag lapáttal, amelynek alja a megszilárdult minta felülete fölött 48 cm-rel helyezkedik el, kevertetjük és

e) a minta teljes feloldása alatt eltelt időt feljegyezzük;

4. A lágylásponthoz tartozó viszkozitást egy Arrhenius görbe (\ln viszkozitás vs $1/T$) alkalmazásával számítjuk.

A görbét kísérleti úton, különböző hőmérsékleteken mért viszkozitás adatokból egy $1,16 \text{ s}^{-1}$ nyíró sebesség-nél működő forgó viszkoziméter alkalmazásával határo-

zzuk meg. A viszkozitás mérést legalább 30 °C-os hőmérséklettartományban, melynek minimális értéke a DSC-vel mért lágylásponttal 1 °C-kal térhet el, kivitelezük.

5. A HAB olvadék tulajdonságaival szemben támasztott további követelmény, hogy a fűtési görbén a lágylás kezdete 5 °C vagy ennél kisebb értékkel különbözzön a fűtést követő hűtési görbén a megszilárdulás kezdetének értékétől. Ezt a paramétert differenciál letapogató kaloriméterrel (Du Pont Instruments 1090 Thermal Analyser with model 910 DSC module) határozzuk meg. A vizsgálathoz hermetikusan lezárt, bevonatos alumínium mérőedénybe 1–3 mg mintát mérünk be. A fűtési görbe endotermitását 5 °C/percnél, míg a hűtési görbe exotermitását 1 °C/percnél határozzuk meg. A mérés folyamán általában a mintát 25 °C-ról 100–120 °C-ra melegítjük, majd 25 °C-ra visszahűlni hagyjuk. Megjegyezzük, hogy egy adott HAB széles olvadék-sajátossággal rendelkezhet (rendszerint 12–16 °C a lágylástól a teljes megolvadásig).

20. A találmány szerinti granulátumok legalább 10%, előnyösen 20% légyüres teret tartalmaznak. A felső határt a granulátumok törekenysége (magas kopásérték) szabja meg. A légyüres terek mennyiségét piknométeres mérésekkel határozzuk meg a kiindulási előkevert por és a végső HAB granulátumok esetében paraffin olajat alkalmazva. A légyüres terek mennyiségét hélium-porozimetria méréssel is meghatározhatjuk. A légyüres terek jelentősége, hogy felgyorsítják a víz bejutását a granulátumokba, és ezáltal elősegítik azok széttörését a keverőtankban.

30. A találmány szerinti granulátumok széttörési ideje vízben 3 percnél rövidebb, előnyösen 2 percnél rövidebb. A széttörési időt úgy határozzuk meg, hogy egy 100 ml-es mérőhengerbe (belső magasság bedugaszolás után: 22,5 cm, átmérő 28 mm), amely 90 ml 25 °C-os desztillált vizet tartalmaz, 0,5 g (250–1410 µm) granulátum mintát adunk, a mérőhengert középen befogjuk, bedugaszoljuk és a közepe körül 8 fordulat/perc sebességgel forgatjuk a minta széttöréséig.

40. A granulátumoktól elvárt tulajdonság az is, hogy belőlük jó minőségű vizes diszperziót lehessen készíteni. A diszperzió minőségét a 3 920 442 amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás 9. oszlopának 1–39. sorában ismertetett hosszú-csöves ülepedési vizsgálattal határozzuk meg. Az elfogadható érték 0,02 ml, előnyösen 0,01 ml szilárd anyag 5 perces ülepedés után.

45. A granulátumokkal szemben támasztott kopásállósági tulajdonságot 3 920 442 amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás 8. oszlopának 5–48. sorában ismertetett vizsgálattal határozzuk meg. A vizsgálatot annyiban módosítjuk, hogy kereskedelmi granulátum méretű (250–1410 µm) vizsgálati mintát használunk. A kopásállóság megfelelő, ha 40%-nál kisebb, előnyösen 30%-nál kisebb érték.

55. A granulátumoknak ellen kell állni az összetapadásnak. Ezt a tulajdonságot a következő módszerrel határozzuk meg:

60. egy 51 mm átmérőjű és 0,9 mm vastagságú rozsdamentes acélkorongot egy 46,5 mm átmérőjű, 75 mm hosszúságú és 51 mm vastagságú üvegcső alsó végére

helyezzük, majd erre 20 g vizsgálati granulátumot helyezünk, a minta tetejét elsímítjuk, és tetejére egy második 44,5 mm átmérőjű és 0,9 mm vastagságú rozsdamentes acélkorongot helyezünk.

Egy 400 g-os tömeget (45 mm átmérőjű vagy ennél kisebb) helyezünk a belső korong tetejére, majd az így kapott összeállítást egy kemencébe helyezük, ahol 100 órán át 45 °C-on (előnyösen 55 °C-on) tartjuk. Ezután az összeállítást a kemencéből kivesszük, a tömeget eltávolítjuk, és a mintát hagyjuk szobahőmérsékletre lehűlni. Az alsó lemezt ezután eltávolítjuk. Ha a minta kifolyik az üveghengerből, az összetapadással szembeni ellenállás kitűnő; ha a minta a hengerben marad, az összetapadt korongalakú mintát onnan eltávolítjuk, egy sima felületre helyezük és egy egyéltű borotvát tartalmazó penetrométerrel meghatározzuk a minta szétvághatóságához szükséges minimális erőt.

Megfelelő, ha ez az erő 100 g-nál kisebb, előnyösen 5 g-nál kisebb.

A találmány szerinti készítményt az alábbi példákban részletesen bemutatjuk.

A példákban alkalmazott alkotórészek meghatározása

Márkanév (gyártó-cég)	Kémiai elnevezés
Macol DNP 150 (Mazer Chemicals)	polietoxilált dinonil-fenol (150 etilén-oxid egység) <i>Olvadék sajátosság:</i> olvadáspont – lágyuláspont: 48 °C; olvadás vége: 63 °C; a lágyuláspont és a megszilárdulás kezdete közti különbség: 2 °C olvadék viszkozitás – körülbelül 1,9 Pa · s a lágyuláspontnál <i>Oldódási sebesség:</i> 19 perc <i>HLB:</i> 19
Pluronic F108 (BASF)	etilén-oxid-propilén-oxid-blokk kopolimer 80% etilén-oxid és 20% propilén-oxid tartalommal <i>Olvadék sajátosság:</i> olvadáspont – lágyuláspont: 45 °C; olvadás vége: 61 °C a lágyuláspont és a megszilárdulás kezdete közti különbség: 0 °C olvadék viszkozitás: 26,5 Pa · s <i>Olvasási sebesség:</i> 50 perc <i>HLB:</i> 16
Hodag E100 (Hodag Chemical Corp.)	etoxilált nonil-fenil (100 mol etilén-oxiddal) <i>Olvadék sajátosság:</i> olvadáspont – lágyuláspont: 40 °C; olvadás vége 64 °C a lágyuláspont és a megszilárdulás kezdete közti különbség 0 °C olvadék viszkozitás 1.1 Pa · s <i>Oldódási sebesség:</i> 20 perc <i>HLB:</i> 19
Iconol OP-40 (BASF)	etoxilált oktil-fenol (40 mol etilén-oxiddal) <i>Olvadék sajátosság:</i> olvadáspont – lágyuláspont: 40 °C; olvadás vége: 55 °C a lágyuláspont és a megszilárdulás kezdete közti különbség: 3 °C olvadék viszkozitás: 7 Pa · s <i>Oldódási sebesség:</i> 18 perc <i>HLB:</i> 18

Márkanév (gyártó-cég)	Kémiai elnevezés
Polyplasone XL-10 (GAF)	térhálós poli(vinil-pirrolidon)
Avicel PH-105 (FMC)	mikrokristályos cellulóz
AC-DI-SOL (FMC)	térhálós karboxi-metil-cellulóz-nátrium
Morwet D425 (Desoto)	nátrium-naftalin-szulfonát és formaldehid kondenzációs terméke
Morwet EFW (Desoto)	nátrium-alkil-naftalin-szulfonát
Lignosol TSF (Reed)	ammónium-lignoszulfonát
Monawet MB100 (Mona)	nátrium-dibutil-szulfoszukcinát
Aerosol A196 (Amer. Cy)	nátrium-diciklohexil-szulfoszukcinát (+15% nátrium-benzoát)
Explotab (Edward Mendell Co.)	nátrium-keményítő-glikolát
Triton AG-120 (R&H)	szilícium-dioxidon abszorbeált polietoxilált nonil-fenol
Triton X-120 (R&H)	magnézium-karbonáton abszorbeált polietoxilált nonil-fenol

1. példa

Az alábbiakban felsorolt alkotórészeket (a Macol kivételével) összekeverjük, majd egy nagy intenzitású forgós nyíró-malomban megőröljük. A kapott elegyet a Macol DNP 150-el (<840 µm) összekeverjük előkeverék kialakítására. Az előkeverékből 150 g adagot fluidizációs ágyba helyezünk és forró levegő alkalmazásával granulálunk. Amikor a granulátumok hőmérséklete eléri a 70 °C-ot (körülbelül 12 perc) a fűtést leállítjuk és a granulátumokat fűtetlen levegővel tovább fluidizálva lehűlni hagyjuk. Hozam: 70%, 250–1410 µm méretű gömbalakú granulátumok. Az előkeverék összetételét és a kapott granulátumok tulajdonságait az alábbiakban foglaljuk össze.

Előkeverék összetétele		Tömeg%
Klórszulfuron		75,0
Macol DNP150		10,0
Vízmentes MgSO ₄		6,0
Polyplasdone XL-10 + szennyeződések		9,0
Granulátumok tulajdonságai (250–1410 µm)		
Kopás%		21,0%
25 °C-on széttörési idő vízben		75,0 s
0 °C-on széttörési idő vízben		102,0 s
25 °C-on széttörési idő 28–0–0 folyékony műtrágyában		214,0 s
55 °C-on összetapadás		0,0 g
Üledék hosszú-csőben		nyomokban
Üledék hosszú-csőben (1 hét/55 °C)		0,003
Kontroll (klór-szulfuron%)		72,9%
(1 hét/55 °C)		70,0%

2. példa

Az 1. példa szerint járunk el, azzal a különbséggel, hogy a kötőanyag nélküli előkeveréket kalapácsos malomban őrljük.

Előkeverék összetétele	2. példa
Klór-szulfuron Tech (%)	77
Macol DNP150 (%)	10
MgSO ₄ · 7H ₂ O (%)	3
ZnSO ₄ · 7H ₂ O (%)	3
Poliplasdone XL-10 (%)	7
Avicel PH-105 (%)	-
AC-DI-SOL (%)	-
Előkeverék bemérés (GM)	1934
Konverzió (%)	73
Kopás (%)	29
Ülepedés hosszú-csőben	0,002
Ülepedés hosszú-csőben (1 hét/55 °C)	0,002
25 °C-on széttörési idő vízben (s)	83
0 °C-on széttörési idő vízben (s)	107
25 °C-on széttörési idő 28-0-folyékony műtrágyában	250
55 °C-on összetapadás (GM erő)	0

3. példa

73,84 g 2,4-D nátriumsót és 1,16 g 2-{{[N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metil-amino]-karbonil}-amino-szulfonil-benzoészter-nátriumsót az 1. példa szerinti eljárással összeőrölünk. A kapott keveréket 25 g Macol DNP-150-al (<840 µm) elegyítjük. A kapott elegyet egy laboratóriumi kettős kónuszú keverőbe helyezük, és egy hőágyúval 77 °C-ra melegítjük. A képződött granulátumokat a fűtés leállítása után 50 °C-ra hagyjuk lehűlni, majd eltávolítjuk a keverőből. 97,3 g granulátumot kapunk, aminek 88,3%-a 250-1410 µm közötti szemcseméretű. A kapott granulátumok fizikai tulajdonságai: ülepedés hosszú-csőben (5 perc után) 0 ml, kopás-érték: 33,7%, széttörési idő vízben, 25 °C-on: 2,17 perc és térfogatsűrűség: 0,50 g/ml.

A granulátumok időbeli kémiai stabilitása jó, miközben a fenti fizikai tulajdonságok sem változnak meg kedvezőtlenül.

4. példa

72,86 g 2,4-D nátriumsót és 1,14 g 2-{{[N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metil-amino]-karbonil}-amino-szulfonil-benzoészter-nátriumsót és 1 g nátrium-hidrogén-karbonátot az 1. példa szerinti eljárással összeőrölünk. A kapott keveréket 25 g Macol DNP-150-al (H µm) elegyítjük. Az eljárást a 3. példában ismertetett módon folytatjuk granulátumok előállítására. 93,4 g granulátumot kapunk, aminek 90,9%-a 250-1410 µm közötti szemcseméretű. A kapott granulátumok fizikai tulajdonságai: ülepedés hosszú-csőben

(5 perc után) nyomokban, térfogatsűrűség: 0,5 g/ml, kopás-érték: 37,5%, széttörési idő vízben, 25 °C-on: 2,18 perc. A tulajdonságok három hetes, 45 °C hőmérsékleten végzett öregítés után: ülepedés hosszú-csőben

5 (5 perc után) nyomokban, térfogatsűrűség: 0,5 g/ml, kopás-érték: 36,8%, széttörési idő vízben, 25 °C-on: 2,19 perc. A kapott granulátumok időbeli kémiai stabilitása, a 3. példa szerinti eljárással kapott granulátumokhoz hasonlóan, jó.

10

5. példa

1480 g metabenzotiazuront, 9,80 g klór-szulfuron-ammónium-sót (technikai minőség) 5,16 g Sellogen HR-t, 6,88 g Petro D425-t, 12,90 g diammónium-hidrogén-foszfátot, 137,26 g kaolin agyagot, 40 g magnézium-szulfátot és 48 g Polyplasdone XL-10-t egy ACM malomban összeőrölünk 90 g/perc betáplálási sebesség, 11 000 fordulat/perc rotor-sebesség, 6000 fordulat/perc osztályozó-sebesség és

20 23,5 l/perc levegőáram fenntartása mellett. Az őrlőberendezésből körülbelül 1643 g őrlött anyagot távolítunk el. Egyenként 522 g őrlött anyagot és 78 g 500 µm-nál kisebb szemcseméretű Pluronic F108 összekeverésével háromszor 600 g bemérést granulálunk egy 2,2 l térfogatú V-alakú laboratóriumi keverőberendezésben. Az így kapott anyagot a 3. példa szerinti eljárással keverjük és melegítjük 70 °C hőmérsékletre, ahol a granulálás megtörténik. A fűtést lezárjuk és a granulátumokat 45 °C hőmérsékletre

25 lehűtjük. A keverőberendezésből 1787 g granulátumot távolítunk el, amelynek 88,7%-a 250-1410 µm közötti szemcseméretű. A kapott granulátumok fizikai tulajdonságai ülepedés hosszú-csőben (5 perc után): 0,015 ml, széttörési idő 25 °C-on, vízben: 1,70 perc, térfogat-sűrűség: 0,5 g/ml, kopás-érték: 11,9%.

30 A kapott granulátumok megfelelnek a fentiekben ismertetett, 45 °C és 55 °C hőmérsékleten elvégzett összetapadás-vizsgálat szerint is.

6. példa

86,9 tömeg% 2,4-D nátriumsót (technikai minőség; 83% savtartalomnak megfelelő), 1,3% 2-{{[N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metil-amino]-karbonil}-amino-szulfonil-benzoészter-nátriumsót (92% szabad szulfonil-karbamidnak megfelelő), 5,9 tömeg% Morwet D425-t és 5,9 tömeg% Morwet EFW-t kalapácsos malomban összekeverünk.

A kapott előkeveréket folyamatosan 62 g/perc sebességgel etetőcsigával egy 30 fordulat/perc sebességgel forgó 35,6 cm átmérőjű tárcsás agglomerátorba (a vízszintessel 56°-os szöget zár be) beadagoljuk. Az agglomerátorban lévő előkeverékre Molten Macol DNP-150-t (95 °C) permetezünk be folyamatosan 23 g/perc sebességgel egy külső keverőt, léggörasztőt és permetezőfűvőkát alkalmazva. A Macol mennyisége a kapott granulátumok összes tömegének 25-30 tömeg%-a. Hozam: 61% 1410-1680 µm szemcseméretű granulátum. A granulátumok fizikai tulajdonságai kopás: 39%, ülepedés hosszú-csőben: 0 ml, széttörési idő vízben, 25 °C-on 150 s.

7. példa

Az 1. példa szerinti eljárással előállított előkeveréket folyamatosan egy 2 l térfogatú rozsdamentes acélból készült dobba (magasság 10 cm, átmérő 12 cm), amelyik 64 fordulat/perc fordulatszámmal forog és a vízszintessel 30°-os szöget zár be, adagoljuk. A dobban az előkeverék hőmérsékletét 70–77 °C hőmérsékleten tartjuk, egy infravörös lámpával melegítve a dob külső falát. A dobban lévő granulátumok megközelítőleg 89%-a 250–1410 µm szemcseméretű. A granulátumok fizikai tulajdonságai ülepedés hosszú-csőben: 0,01 ml, kopás: 40%, széttörési idő vízben, 25 °C-on: 64 s.

8. példa

20 g 2,4-D nátriumsót (84%-os tisztaság), 0,5 g 2-[[N-(4-metoxi-6-metil-1,3,5-triazin-2-il)-N-metil-amino]-karbonil]-amino-szulfonil-benzoészter-nátriumsót (95%-os tisztaság) és 3,6 g Macol DNP-150-t, az 1. példában ismertetett módon két percen át összeőrölünk. A pormentes maradékot ezután átszitáljuk, a granulátumok 61%-a 149–849 µm szemcseméretű és 89%-a 74–840 µm szemcseméretű. A finomabb szemcseméretű granulátumok fizikai tulajdonságai ülepedés hosszú-csőben: 0 ml, széttörési idő vízben, 25 °C-on: 90 s, kopás-érték: 40%. Egyhetes öregítés után az egyik adalékanyag sem bomlott el, és kéthetes 55 °C hőmérsékleten végzett öregítés után a szulfonil-karbamid hatóanyag 3%-os bomlása figyelhető meg.

9. példa

Megközelítőleg 100 g előkeveréket készítünk az alábbi alkotórészekből:

Klórszulfuron (technikai minőség)	78,5 g
Macol DNP-150	12,0 g
ZnSO ₄ · 7H ₂ O	2,0 g
MgSO ₄ · 7H ₂ O	2,0 g
AC-DI-SOL	2,75 g
Avicel PH-105	2,75 g

Az előkeveréket az 1. példa szerinti eljárással porrá őröljük. A kapott porszerű anyagot fluidizált ágyas granulátorba helyezük és forró levegővel fluidizáljuk. Az ágy hőmérsékletét fokozatosan (9–10 perc alatt) 70 °C hőmérsékletre melegítjük. A kötőanyag lágyulásával egyidejűleg granulátumok kialakulása figyelhető meg. A fűtést megszüntetjük és a granulátumokat a fluidizáció további folytatása mellett lehűlni hagyjuk. A lehűlés után a granulátum-terméket szitáljuk. 76 g granulátumot kapunk, aminek szemcsemérete: 250–1410 µm. A granulátumok fizikai tulajdonságai:

25 °C-on széttörési idő vízben (s)	81 s
összetapadás (1 nap/55 °C/3,5 kg/cm ²)	nincs
minta állandóság –6 °C-on, 1 hetes tárolás után	74,4%
minta állandóság 55 °C-on, 1 hetes tárolás után	75,8%
ülepedés hosszú-csőben (öregítés előtt és után)	0,005 ml
kopás-érték	12%.

10. példa

100 g előkeveréket készítünk az alábbi alkotórészekből:

Klórszulfuron (technikai minőség)	77,0 g
Hodag E-100	10,0 g
vízmentes nátrium-karbonát	2,0 g
Polypladone XL-10	2,0 g
nátrium-acetát-trihidrát	2,75 g

Az előkeveréket a 9. példa szerinti eljárással őröljük és granuláljuk. 60 g 250–1410 µm szemcseméretű granulátumot kapunk. Széttörési idő 25 °C-on, vízben: 91 s. A granulátumok 55 °C hőmérsékleten, 4 napon át tartó tárolás után nem tapadnak össze.

11. példa

100 g előkeveréket készítünk az alábbi alkotórészekből:

Klórszulfuron (technikai minőség)	77,0 g
Iconol OP-40	10,1 g
vízmentes nátrium-karbonát	6,0 g
Polypladone XL-10	7,0 g
nátrium-acetát-trihidrát	2,75 g

Az előkeveréket a 9. példa szerinti eljárással őröljük és granuláljuk. 57 g 250–1410 µm szemcseméretű granulátumot kapunk. Széttörési idő 25 °C-on, vízben: 69 s. A granulátumok 55 °C hőmérsékleten, 4 napon át tartó tárolás után nem tapadnak össze. Kopás-érték: 34%.

12. példa

100 g előkeveréket készítünk az alábbi alkotórészekből:

Benzoészter-2[[[4-etoxi-6-metil-amino-1,3,5-triazin-2-il)-amino-karbonil]-amino-szulfonil]-metil-észter	77,0 g
Hodag E-100	10,0 g
vízmentes MgSO ₄	6,0 g
Polypladone XL-10	7,0 g

Az előkeveréket a 9. példa szerinti eljárással őröljük és granuláljuk. 57 g 250–1410 µm szemcseméretű granulátumot kapunk. Széttörési idő 25 °C-on, vízben: 90 s. A granulátumok 55 °C hőmérsékleten, 4 napon át tartó tárolás után nem tapadnak össze. Kopás-érték: 28%, ülepedés hosszú-csőben: 0,005 ml. A granulátumok kémiai stabilitása kitűnő.

13. példa

Az 5. példa szerinti eljárással granulátumokat készítünk az alábbi alkotórészek felhasználásával:

metabenzotiazuron	1460 g
Klórszulfuron tech.	10 g
Piuronic F108	240 g
MgSO ₄	10 g
ZnSO ₄ · 7H ₂ O	90 g
Morwet D-425	50 g
Avicel OH-105	140 g

A kapott granulátumok 83%-a 250–1410 µm szemcseméretű. Fizikai tulajdonságok: ülepedés hosszú-csőben: 0,015 ml, összetapadás 45 °C hőmérsékleten történő tárolásnál: 100 g, széttörési idő vízben, 25 °C-on: 90 s és kopás-érték: 10%.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Vízben diszpergálható vagy vízdoldható peszticid granulátum készítmény, *azzal jellemezve*, hogy legalább 10% légüres teret és 150–4000 µm méretű agglomerátumokat tartalmaz, amely agglomerátumok 5–95 tömeg%-ban peszticid részecskéket, 5–40 tömeg% vízdoldható hőaktivált kötőanyagot, amelynek olvadáspontja 40–120 °C, a láguláspontja és a megszilárdulásának kezdete közötti különbség kisebb mint 5 °C, a

10 (i) felületaktív szert (nedvesítő- vagy diszpergálószer) vagy ezek elegendőét tartalmazza.

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy 20–80 tömeg%-ban peszticid részecskéket és 10–30 tömeg%-ban hőaktivált kötőanyagot tartalmaz.

3. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként olyan kötőanyagot tartalmaz, amelynek láguláspontja és a megszilárdulásának kezdete közötti különbség kisebb mint 3 °C.

4. A 2. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként olyan kötőanyagot tartalmaz, amelynek láguláspontja és a megszilárdulásának kezdete közötti különbség kisebb mint 3 °C.

5. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként olyan kötőanyagot tartalmaz, amelynek olvadáspontja 45–100 °C.

6. A 2. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként olyan kötőanyagot tartalmaz, amelynek olvadáspontja 45–100 °C.

7. A 3. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként olyan kötőanyagot tartalmaz, amelynek olvadáspontja 45–100 °C.

5 8. A 2. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként olyan kötőanyagot tartalmaz, amelynek hidrofíliofil egyensúlyi értéke 16–19.

9. A 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy az agglomerátumok a vízdoldható hőaktivált kötőanyag szilárd hídjaival egymáshoz kötött 1–50 µm átmérőjű peszticid részecskékből állnak.

10. A 9. igénypont szerinti granulátumok, *azzal jellemezve*, hogy legalább 20% légüres teret tartalmaznak.

15 11. A 10. igénypont szerinti granulátumok, *azzal jellemezve*, hogy 20% légüres teret és a 2. igénypont szerinti mennyiségű kötőanyagot tartalmaznak.

12. A 11. igénypont szerinti granulátumok, *azzal jellemezve*, hogy a 8. igénypont szerinti kötőanyagot tartalmaznak.

20 13. Az 1. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként polietoxilált dinonil-fenolt, etilén-oxid–propilén-oxid kopolimert vagy ezek elegyét tartalmazza.

25 14. A 8. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként polietoxilált dinonil-fenolt, etilén-oxid–propilén-oxid kopolimert vagy ezek elegyét tartalmazza.

30 15. A 9. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként polietoxilált dinonil-fenolt, etilén-oxid–propilén-oxid kopolimert vagy ezek elegyét tartalmazza.

35 16. A 12. igénypont szerinti készítmény, *azzal jellemezve*, hogy kötőanyagként polietoxilált dinonil-fenolt, etilén-oxid–propilén-oxid kopolimert vagy ezek elegyét tartalmazza.