



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(21) A bejelentés ügyszám: P 00 00962
(22) A bejelentés napja: 1998. 02. 09.
(30) Elsőbbségi adatok:
9/26953 1997. 02. 10. JP
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/JP 98/00522
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 98/34484

(40) A közzététel napja: 2000. 08. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 2002. 11. 28.

(11) Lajstromszám:

221 536 B1

(51) Int. Cl.⁷

A 01 N 51/00
A 01 N 25/04
A 01 N 25/30
A 01 N 25/10

(72) Feltalálók:

Koike, Masahiko, Ibaraki (JP)
Sakai, Tomoyo, Ibaraki (JP)

(73) Szabadalmaz:

Takeda Chemical Industries Limited, Osaka (JP)

(74) Képviselő:

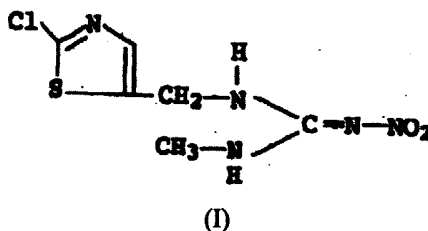
dr. Molnár István, DANUBIA Szabadalmi és
Védjegy Iroda Kft., Budapest

**(54) Mezőgazdasági hasznosításra alkalmas, guanidinszármazékot tartalmazó,
stabil vizes szuszpenzió, annak előállítása és alkalmazása**

KIVONAT

A találmány tárgya az (i) az (I) képletű vegyületet, vagy sóját; (ii) formaldehydnek aromás szulfonsavval, vagy sójával képzett kondenzátumát, vagy poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot; és (iii) abszorbeáló vízdoldható polimert tartalmazó vizes szuszpenzió. A találmány sze-

rinti vizes szuszpenzió előnyösen alkalmazható mezőgazdasági készítmény, legfeljebb 700 mPa·s viszkozitású, a készítmény tartályból jól kijuttatható, vízben nagyon jó diszpergálhatóságot, és összetapadt részecskéktől mentesen hosszú távú fluiditást mutat.



HU 221 536 B1

A találmány tárgya nagyon jó inszekticid aktivitással, alacsony viszkozitással, és szuszpenzióstabilitással rendelkező, mezőgazdasági használatra alkalmas vizes szuszpenzió.

Mindaddig a mezőgazdaságban a peszticideket főként por vagy granulátum dózisformákban alkalmazták. Ezeket a dózisformákat kis mennyiségű peszticid hatóanyagból és nagy mennyiségű hordozóanyagból – például agyag, bentonit, kalcium-karbonát – állítják elő, ezért a hatóanyag egyenletes eloszlásának biztosítására a fenti készítményeket legalább 2–6 kg/hektár mennyiségben kell alkalmazni. Ez permetezéskor nagyon nagy terhelést jelent a farmereknek, és a szállítás és tárolás szempontjából is előnytelen. Ezért az utóbbi időben könnyebben kezelhető kis csomagokban forgalmazott, úgynevezett koncentrátumokat fejlesztettek ki.

A fenti koncentrátumok nagy mennyiségű hatóanyagot tartalmaznak és a megfelelő oldószerben, például vízben történő diszpergálás után a termőföldön jól alkalmazhatóak. Ilyenek például az emulgálható koncentrátumok és a nedvesíthető porok. Azonban az emulgálható koncentrátumok nagy mennyiségű szerves oldószert igényelnek a hígításhoz, míg a nedvesíthető porok esetében a mezőn a permet elkészítése során elkerülhetetlen a repkedő szilárd részecskékkel való szennyeződés. A fenti okok miatt az utóbbi időben inkább tartózkodnak a fenti készítmények használatától. A nedvesíthető granulátumok, amelyek a nedvesíthető porok granulált változatai, csaknem teljesen kiküszöbölik a nedvesíthető porok sok hátrányát, viszont mivel a vízben diszpergált granulátumok mérete meghaladja a körülbelül 10 μm -t, nagy koncentrációjú diszperzió alkalmazásakor a permetező szórófeje eldugulhat, és más hátrányok is jelentkezhetnek.

Az (I) képletű vegyület, vagy sója erőteljes rovarirtó hatással rendelkező, mezőgazdaságban alkalmazható hatóanyag.

Célkitűzésünk volt az (I) képletű vegyületből, vagy sójából készített olyan alacsony viszkozitású, stabil vizes szuszpenzió kifejlesztése, ahol a szuszpenzió alacsony viszkozitása lehetővé teszi, hogy a szuszpenzió egyenletesen kiáramoljon a tartályból, valamint lehetővé teszi a vízben való diszpergálhatóságot és azt, hogy az oldat a szuszpendált részecskék kicsapódásából adódó összetapadástól mentesen, hosszú ideig folyékony maradjon.

Kutatásaink során kifejlesztettünk egy, a fenti kedvezőtlen tulajdonságoktól mentes vizes szuszpenziót, amely (i) vagy (I) képletű vegyületet vagy sóját; (ii) formaldehidnek aromás szulfonsavval, vagy sójával képzett kondenzátumát, vagy egy poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot; és (iii) egy abszorbeáló vízdoldható polimert tartalmaz. A készítmény viszkozitása legfeljebb 700 mPa·s-os, emellett vízben nagyon jó diszpergálhatósággal és hosszan tartó stabilitással rendelkezik.

A százalékban megadott értékek a továbbiakban tömeg%-ként értendők.

A találmány tárgyát tehát:

(1) vizes szuszpenzió, amely (i) az (I) képletű vegyületet, vagy valamilyen sóját; (ii) formaldehidnek

aromás szulfonsavval, vagy sójával képzett kondenzátumát, vagy valamilyen poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot; és (iii) egy abszorbeáló vízdoldható polimert tartalmaz, és a szuszpenzió viszkozitása legfeljebb 700 mPa·s,

(2) az (1) pont szerinti vizes szuszpenzió, amely 1–10% formaldehidnek aromás szulfonsavval, vagy sójával képzett kondenzátumát, vagy valamilyen poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot tartalmaz a készítmény össztömegére számítva,

(3) az (1) pont szerinti vizes szuszpenzió, amely abszorbeáló vízdoldható polimerként az alábbi polimerek közül egyet vagy többet (előnyösen 1–3) tartalmaz: poli(vinil-pirrolidon), poli(alkilezett vinil-pirrolidon), vinil-pirrolidion-sztirol, blokk-kopolimer vagy metil-vinil-éter-maleinsavanhidrid-kopolimer,

(4) az (1) pont szerinti vizes szuszpenzió, amely még egy nem abszorbeáló vízdoldható polimert is tartalmazhat,

(5) a (4) pont szerinti vizes szuszpenzió, amely nem abszorbeáló vízdoldható polimerként az alábbi polimerek közül egyet vagy többet (előnyösen 1–3) tartalmaz: poliolcsoporthoz tartozó polimer, poliszacharid vagy polietilén-glikol,

(6) a (4) pont szerinti vizes szuszpenzió, amely nem abszorbeáló vízdoldható polimerként az alábbi polimerek közül egyet vagy többet (előnyösen 1–3) tartalmaz: xantángumi, keményítő vagy polietilén-glikol,

(7) az (1) pont szerinti vizes szuszpenzió, amely még egy kiegészítő szuszpendálószer is tartalmaz,

(8) a (7) pont szerinti vizes szuszpenzió, amely kiegészítő szuszpendálószerként az alábbi anyagok közül egyet vagy többet (előnyösen 1–3) tartalmaz: montmorillonit, kolloid szilícium-oxid, szilícium-oxid és alumínium-oxid kolloid elegye vagy szepiolit,

(9) eljárás az (1) pont szerinti vizes szuszpenzió előállítására, oly módon, hogy (i) az (I) képletű vegyületet, vagy sóját; (ii) formaldehidnek aromás szulfonsavval, vagy sójával képzett kondenzátumát, vagy poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot; és (iii) egy abszorbeáló vízdoldható polimert vízben szuszpendálunk, és

(10) eljárás rovarok irtására, oly módon, hogy az (1) pont szerinti vizes szuszpenziót termőföldre kijuttatjuk.

A találmány legelőnyösebb kiviteli módját az alábbiakban ismertetjük.

A találmány szerinti vizes szuszpenzióban használt (I) képletű vegyület egy guanidinszármazék amely az NO₂-csoport térbeli orientációjától függően, *transz*-(E)- vagy *cisz*-(Z)-izomerként létezik. Előnyös az (E)-1-(2-klór-tiazol-5-il-metil)-3-metil-2-nitro-guanidin (a továbbiakban Ia vegyület) alkalmazása.

Az (I) képletű vegyület mezőgazdasági célokra alkalmas sói például szerves savakkal, így sósavval, hidrogén-bromiddal, hidrogén-jodiddal, foszforsavval, kénsavval, perklórsavval stb., továbbá valamely szerves savval, így hangyasavval, ecetsavval, borkósavval, maleinsavval, citromsavval, oxálsavval, borostyánkősavval, benzoésavval, pikrinsavval, p-toluolszulfonsavval képzett sók lehetnek.

Az (I) képletű vegyület vagy sója előállítását a JP-A 157308/1991 számú közrebecsítási irat ismerteti.

A találmány szerinti vizes szuszpenzióban az (I) képletű vegyületnek vagy sójának mennyisége általában 5–60%, előnyösen 10–50%, legelőnyösebben 15–45%, a készítmény össz tömegére számítva.

A találmány szerinti vizes szuszpenzió előállításához használhatjuk formaldehid aromás szulfonsavval, vagy sójával képzett kondenzátumát, így formaldehid és valamilyen szulfonsavval, például fenil-szulfonsavval vagy aril-szubsztituált fenil-szulfonsavval, fenol-szulfonsavval, vagy aril-szubsztituált fenolszulfonsavval, p-toluolszulfonsavval, naftalinszulfonsavval, alkil-szubsztituált naftalinszulfonsavval, aralkil-szubsztituált naftalinszulfonsavval, antracénszulfonsavval, alkil-szubsztituált antracénszulfonsavval képzett kondenzátumát.

Az aril-szubsztituált fenil-szulfonsavban, vagy aril-szubsztituált fenolszulfonsavban az aril-szubsztituens 6–14 szénatomos arilcsoport, például fenil- vagy naftilcsoport. A szubsztituensek száma előnyösen 1–3.

Az alkil-szubsztituált naftalinszulfonsavban az alkil-szubsztituens 1–6 szénatomos alkilcsoport, például metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil-, terc-butil-csoport. A szubsztituensek száma előnyösen 1–7.

Az aralkil-szubsztituált naftalinszulfonsavban az aralkil-szubsztituens fenil-(1–4 szénatomos alkil)-csoport, például benzil-, fenil-etil- és fenil-propil-, benzhidril-, vagy tritilcsoport. A szubsztituensek száma előnyösen 1–3.

Az alkil-szubsztituált antracénszulfonsavban az alkil-szubsztituens 1–6 szénatomos alkilcsoport, például metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil-, terc-butil-csoport. A szubsztituensek száma előnyösen 1–9.

Az aromás szulfonsav és formaldehid közötti kondenzációs fok 1,2–30 közötti, előnyösen 1,2–10 közötti.

A fentiek közül előnyös a naftalinszulfonát-formaldehid kondenzátum.

Az aromás szulfonsavak sóiként többek között az alkálifémek, például a nátriumsók használhatók.

A kereskedelmi forgalomban lévő formaldehid aromás szulfonsavkondenzátumok például a következők: New Kalgen FS-4 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; kondenzált nátrium-naftalin-szulfonát-formaldehid); New Kalgen 9131 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; kondenzált fenil-fenolszulfonsav-formaldehid); Lavelin FM-L (gyártó cég Daiichi Kogyo Seiyaku K. K., Japán, kondenzált nátrium-β-naftalinszulfonát-formaldehid); New Kalgen WG-2 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; kondenzált nátrium-β-naftalinszulfonát-formaldehid); Demol N (gyártó cég Kao Corporation, Japán, nátrium-β-naftalinszulfonát-formaldehid); és Demol C (gyártó cég Kao Corporation, Japán, kondenzált nátrium-arilszulfonát-formaldehid).

A fentiek közül különösen előnyös a New Kalgen FS-4 használata.

A találmány szerinti készítményben célszerű 500–5000 közötti molekulatömegű poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot használni.

A poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátban a poli(oxi-alkilén)-csoport például poli(oxi-etilén), poli(oxi-propilén) vagy poli(oxi-butilén)-csoport lehet. Különösen előnyös a New Kalgen FS-4 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán) használata, amely főleg poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter-szulfátot tartalmaz.

A találmány szerinti vizes szuszpenzióban a formaldehid aromás szulfonsav, vagy sója kondenzátumának, vagy a poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter-szulfátnak az aránya általában 1–10%, előnyösen 1–7% a készítmény össz tömegére számítva.

A találmány szerinti vizes szuszpenzió a fenti formaldehid aromás szulfonsav, vagy sója, kondenzátuma, vagy a poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter-szulfát mellett egy vagy több (előnyösen 1–3) egyéb felületaktív anyagot, például nemionos vagy anionos felületaktív anyagot tartalmazhat még.

A nemionos felületaktív anyag például valamilyen éter, így poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter, poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter-formaldehid-kondenzátum, poli(oxi-etilén)-nonil-fenil-éter, poli(oxi-etilén)-disztiril-fenil-éter, poli(oxi-etilén)-alkil-allil-éterek, poli(oxi-etilén)-alkil-éterek, poli(oxi-etilén)-poli(oxi-propilén)-blokk-kopolimer. A nemionos felületaktív anyagok közül előnyösek azok, amelyeknek (a vízzoldékonyság és nedvesíthető képesség jellemzésére használt) HLB száma 10–20, még előnyösebb a HLB 12–18 közötti tartomány. A kereskedelmi forgalomban kapható nemionos felületaktív anyagok például a következők: New Kalgen FS-1 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter), New Kalgen FS-11 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter-formaldehid-kondenzátum, Nonipol-100 (gyártó cég: Daiichi Kogyo Seiyaku K. K., Japán; poli(oxi-etilén)-nonil-fenil-éter, Noigen EA-177 (gyártó cég: Daiichi Kogyo Seiyaku K. K., Japán; poli(oxi-etilén)-disztiril-fenil-éter), Noigen EA-142 (gyártó cég: Daiichi Kogyo Seiyaku K. K., Japán; poli(oxi-etilén)-alkil-allil-éter Noigen EA-157 (gyártó cég: Daiichi Kogyo Seiyaku K. K., Japán; poli(oxi-etilén)-alkil-éterek.

Anionos felületaktív anyagok például a ligninszulfonsav fémsói, poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter ammónium-foszfátsói, poli(oxi-etilén)-alkil-fenil-éter-ammónium-foszfátsói és dialkil-szulfoszukcinátok nátriumsói. A kereskedelmi forgalomban levő használható anionos felületaktív anyagok a következők: New Kalgen WG-4 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; ligninszulfonsav-fém só), New Kalgen FS-3 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter-ammónium-foszfátsó), illetve New Kalgen FS-31 és FS-32 (gyártó cég Takemoto oil & fat Co., LTD, Japán; poli(oxi-etilén)-alkil-fenil-éter-ammónium-foszfátsó).

A találmány szerinti vizes szuszpenzióban a felületaktív anyag mennyisége általában 1–10%, előnyösen 1–5%, a készítmény össz tömegére számítva.

A találmány szerinti vizes szuszpenzió hasznosítási spektrumának szélesítésére célszerű a szuszpenziót egy vagy több (előnyösen 1–3) más, ismert agrokémiai aktív hatóanyaggal kiegészíteni. Ilyen légköri hőmérsékleten szilárd halmazállapotú hatóanyagok például az alábbiak:

Inszekticidek:

Piridafention, dimetoát, PMP, CVMP, dimetilvinfosz, acefát, szalition, DEP, NAC, MTMC, MIPC, PHC, MPMC, XMC, bendiokarb, pirimikarb, mezomil, oxamil, tiodikarb, cipermetrin, kartap-hidroklorid, tiociklám, benszultáp, diflubenzuron, teflubenzuron, klórfluazuron, buprofezin, hexitiazox, fenbutatin-oxid, piridaben, klofentezin, (3,6-bisz(2-klór-fenil)-1,2,4,5-tetrazin)-nitenpiram.

Baktericidek

Tiurám, kaptán, TPN, ftalid, triklórfosz-metil, foszetil, metil-tiofanát, benomil, karbendazol, tiabendazol, dietofenkarb, iprodion, vinklozolin, procimidon, fluorimid, oxi-karboxin, mepronil, flutolanil, benciklán, metalaxil, oxadixil, triadimefon, hexakonazol, trifolin, blaszticidin S, kaszugamicin, polioxin, validamicin A, mildeomicin, PCNB, hidroxizoxazol, dazomet, dimetirimol, diklomezin, triazin, ferimzon, probenazol, izoprotiolan, triciklázol, pirokuilon, oxolinsav.

A felsorolt hatóanyagokon kívül más, ismert légköri hőmérsékleten szilárd halmazállapotú agrokémiai hatóanyagokat is alkalmazhatunk.

Abszorbeáló vízdíható polimerként olyan védőkoloidokat használunk, amelyek egy intermolekuláris hidrofób csoport segítségével más hidrofób anyagokat képesek abszorbeálni, és amely védőkoloidok poli(vinil-pirrolidon), poli(alkilezett vinil-pirrolidon), vinil-pirrolidon-sztirol blokk-kopolimerek és metil-vinil-éter-maleinsavanhidrid-kopolimerek lehetnek.

A poli(vinil-pirrolidon) átlagos molekulatömege 5000–2 000 000 közötti, ilyen például az ISP Ltd. cég által gyártott Agrimer 15 (átlagos molekulatömeg: körülbelül 8000), Agrimer 30 (átlagos molekulatömeg: körülbelül 57500), Agrimer 60 (átlagos molekulatömeg: körülbelül 406 000) és Agrimer 90 (átlagos molekulatömeg: körülbelül 1 270 000).

A poli(alkilezett vinil-pirrolidon) alkilrésze például 1–30 szénatomos alkilcsoportok, így a metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil-, terc-butil-, pentil-, izopentil-, terc-pentil-, neopentil-, hexil-, izohexil-, 2,2-dimetil-butil-, heptil-, 2-metil-hexil-, oktil-, 2,2,4-trimetil-pentil-, nonil-, decil-, undecil-, dodecil-, tridecil-, tetradecil-, pentadecil-, hexadecil-, heptadecil-, octadecil-, nonadecil-, ikozil-, henicozil-, dokozi-, trikozi- és tetrakozilcsoportok lehetnek. Előnyösek az 1–24 szénatomos alkilcsoportok. Még előnyösebbek a 4, 16 és 20 szénatomos alkilcsoportok. A poli(alkilezett vinil-pirrolidon) alkilezési foka előnyösen 5–90%, előnyösebben 5–15% és 40–60%. A poli(alkilezett vinil-pirrolidon) átlagos molekulatömege 1000–100 000 közötti, ilyen például az ISP Ltd. cég által gyártott Agrimer AL-10 (az alkilcsoport 4 szénatomot tartalmaz, alkilezési fok: körülbelül 10%-os, átlagos molekulatömeg: körülbelül 70 000),

Agrimer AL-10LC (az alkilcsoport 4 szénatomot tartalmaz, alkilezési fok: körülbelül 10%-os, átlagos molekulatömeg: körülbelül 70 000), Agrimer AL-25 (az alkilcsoport 16 szénatomot tartalmaz, alkilezési fok: körülbelül 50%-os, átlagos molekulatömeg: körülbelül 9500), Agrimer AL-904 (az alkilcsoport 4 szénatomot tartalmaz, alkilezési fok: körülbelül 10%-os, átlagos molekulatömeg: körülbelül 16 000).

A vinil-pirrolidon-sztirol blokk-kopolimer átlagos molekulatömege körülbelül 40 000, ilyen például az ISP Ltd. cég által gyártott Agrimer ST.

A metil-vinil-éter-maleinsavanhidrid-kopolimer átlagos molekulatömege körülbelül 100 000–300 000 közötti, ilyen például Agrimer VEMA H-240 (gyártó cég ISP Ltd.), illetve 100 000–300 000 közötti átlagos molekulatömegű anhidrid formájú termék, például Agrimer VEMA AN-216 (gyártó cég ISP Ltd.), vagy 20 000–60 000 közötti átlagos molekulatömegű félészter termék, például Agrimer VEMA ES-22 (gyártó cég ISP Ltd.).

A találmány szerinti vizes szuszpenzió előállításához kombinációban használható más abszorbeáló vízdíható polimer a poli(nátrium-akrilát) és a karboxi-metil-cellulóz lehet.

Abszorbeáló vízdíható polimerként előnyösen poli(alkilezett vinil-pirrolidon) használható.

A találmány szerinti vizes szuszpenzióban az abszorbeáló vízdíható polimer mennyisége általában 0,05–5%, előnyösen 0,1–3%, még előnyösebben 0,1–2% a készítmény össztömegére számítva.

A készítmény stabilizálása és a szuszpenzió viszkozitásának beállítása céljából a találmány szerinti vizes szuszpenziót további nem abszorbeáló vízdíható polimerrel és/vagy kiegészítő szuszpendálószerrel egészíthetjük ki.

Nem abszorbeáló vízdíható polimer például valamilyen poliol (így Agrisol FL-104FA, gyártó cég Kao Corp.); poliszacharidok, például gumiarábikum, zselatin, guargumi, xantángumi (így Rhodopol 23; gyártó cég Rhone-Poulenc), keményítő (így Stabirose MKK 100; gyártó cég Matsutani Chemical Industry Co. Ltd.), keményítőszármazékok, például hidrolizált keményítő (így Pine Dex, gyártó cég Matsutani Chemical Industry Co. Ltd.), oldható keményítő (így Stabirose S-10; gyártó cég Matsutani Chemical Industry Co. Ltd.), enzimatisan denaturált keményítő (így Amicol 6L; gyártó cég Nippon Starch Refining Co. Ltd.) és előzselatinizált keményítő (Cornalpa; gyártó cég Nippon Starch Refining Co. Ltd.), dextrinek (így dextrin, ciklodextrin), és polietilénlikol (így PEG 6000; gyártó cég Sanyo Chemical Industries, Ltd.) lehetnek.

A fentiek közül előnyösen a poliszacharidok, például a xantángumi és a keményítő, valamint a polietilénlikol használható.

Amennyiben nem abszorbeáló vízdíható polimert használunk, akkor annak mennyisége általában 0,05–10%, előnyösen 0,05–3% a készítmény össztömegére számítva.

A kiegészítő szuszpendálószer vízben nem oldódó adalékanyag, így például montmorillonit (így Kunipia

F; gyártó cég Kunimine Industries, Ltd. vagy Laponite; gyártó cég Nishin Chemical Industries, Ltd.), koloid szilícium-oxid (így Aerosil-sorozat, mint Aerosil 200; gyártó cég Aerosil NIPPON), szilícium-oxid és alumínium-oxid koloid keveréke (így Aerosil COK83: $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=82-86\%/17-18\%$); gyártó cég Aerosil NIPPON); vagy szepiolit (így Aidplus ML70DS-NV; gyártó cég Mizusawa Industrial Chemicals Ltd.) használható.

A fentiek közül előnyösen a montmorillonitot használhatjuk.

Amennyiben kiegészítő szuszpendálószeret használunk, akkor annak mennyisége általában 0,05–10%, előnyösen 0,1–3% a készítmény össztömegére számítva.

Az adalékanyagokat, így például a nem abszorbeáló vízdoldható polimereket és/vagy szuszpendálószerket önmagukban, vagy kombinációban egyaránt használhatjuk.

A találmány szerinti készítményben további, vizes szuszpenziókban általánosan használt adalékanyagokat is használhatunk. Például pH-szabályzó szert, fagyásgátlót, habzásgátlót, és/vagy fertőtlenítőszeret lehet szabadon, de a használt hatóanyag mennyiségétől függően szelektíven alkalmazni. pH-szabályzó szerként citromsav-monohidráttal használhatunk. A fagyásgátló például etilén-glikol, dietilén-glikol vagy glicerin. Habzásgátló szerként valamilyen szilikon típusú habzásgátlót (pld. Anti-foam E-20; gyártó cég Kao Corp.) alkalmazhatók. Fertőtlenítőszerként például n-butyl-p-hidroxibenzoát, kálium-szorbát, és szorbinsav használható.

Amennyiben pH-szabályzó szert használunk, akkor annak mennyisége általában 0,01–5%, előnyösen 0,1–3% a készítmény össztömegére számítva. Amennyiben fagyásgátló szert használunk, akkor annak mennyisége általában 1–20%, előnyösen 3–10% a készítmény össztömegére számítva. Amennyiben habzásgátlót használunk, akkor annak mennyisége általában 0,05–0,5%, előnyösen 0,05–0,3% a készítmény össztömegére számítva. Amennyiben fertőtlenítőszeret használunk, akkor annak mennyisége általában 0,01–3%, előnyösen 0,01–1,5% a készítmény össztömegére számítva.

A találmány szerinti vizes szuszpenziót úgy állítjuk elő, hogy (i) az (I) képletű vegyületet, vagy sóját; (ii) formaldehidnek aromás szulfonsavval, vagy sójával képzett kondenzátumát, vagy poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot; és (iii) egy abszorbeáló vízdoldható polimert vízben szuszpendálunk, önmagában ismert módon, vagy bármely más megfelelő technikával. Előállítás eljárásként alkalmazható például az (1) eljárás, amely szerint az összes komponenst együtt egy nagy sebességű keverőben 20–60 percig keverjük, majd a keveréket egy nedves őrlőmalomban (például Dynomill) vagy mikrofluidizálóban elporlasztjuk és diszpergáljuk; valamint a (2) eljárás, amely szerint a hatóanyagot, nevezetesen az (I) képletű vegyület, vagy sója ömlesztett porát száraz őrlőmalomban (például Jetmizer) megdaráljuk, és az apróra darált port a többi összetevővel egy nagy sebességű keverőben 30–90 percig elkeverjük és diszpergáljuk.

A fentiek értelmében a találmány szerinti vizes szuszpenzió a hatóanyagot vízben diszpergált, apróra darált por alakban tartalmazza. Ha más por alakú komponens is van a készítményben, a hatóanyagot a lehető leghatékonyabban kell vízben diszpergálni. A diszpergált részecskék átlagos átmérője legfeljebb 10 μm , előnyösen 0,1–5 μm .

A találmány szerinti agrokémiai készítmény többek között a következő kultúrnövények kezelésére használható: rizs, búza, árpa, cukorrépa, kukorica, gyapot, zöldségfélék (például káposzta, kínai kel, retek, uborka, padlizsán, burgonya), gyümölcsfák (például mandarin, narancs, barack, körte), tea és dohány.

A találmány szerinti agrokémiai készítmények különösen előnyösen alkalmazhatók az alábbi kártevők ellen: rovarok, például poloskák [Hemiptera] (például káposztapoloska [*Eurydema rugosum* Motschulsky], feketerizs-poloska [*Scotinophara lurida* Burmeister], borsópoloska [*Riptortus clavatus* Thunberg], recés körtepoloska [*Stephanitis nashi* Esaki et Takeya], barnakabóca [*Nilaparvata lugens* Stal], fehér-feketekabóca [*Sogata furcifera* Horvath], réti sarkantyúskabóca [*Delphacodes striatella* Fallén], zöldrizslevél-kabóca [*Nephotettix bipunctatus cincticeps* Uhler], zöldtealevél-kabóca [*Chlorita onukii* Matsuda], kabóca [*Trialeurodes vaporarum*], arrow head scale [*Prontaspis yanonensis* Kuwana], [Pseudococcus comstocki Kuwana], szójalevél-tetű [*Aphis glycines* Matsumura], mustárlevél-tetű [*Rhopalosiphum pseudobrassicae* Davis], káposztalevél-tetű [*Brevicoryne brassicae* Linné], gyapotlevél-tetű [*Aphis gossypii* Glover], almalevél-tetű [*Aphis pomi* DeGeer], lepkék [*Lepidoptera*] például gyapotbagoly [*Prodenia litura* Fabricius], káposztamoly [*Plutella maculipennis* Curtis], répalepke [*Pieris rapae* Linné], ázsiai rizsszarmoly [*Chilo suppressalis* Walker], [*Plusia nigrisigna* Walker], gyapottokbagoly [*Helicoverpa assulta assulta* Guenée], [*Leucania separata* Walker], káposztabagoly [*Mamestra brassicae* Linné], almailonca [*Adoxophyes orana* Fischer von Röslerstamm], gyapotlevél-moly [*Sylepta derogata* Fabricius], [*Cnaphalocrocis medinalis* Guenée], burgonyamoly [*Phthorimaea operculella* Zeller], tea keskenymoly [*Caloptilia theivora* Walsingham], alma(tea)ilonca [*Adoxophyes orana* Fischer von Röslerstamm] (tea), bogarak [*Coleoptera*] (például burgonya-levélbőde [*Epilachna sparsa orientalis* Dieke], töklelevélbőde [*Rhaphidopalpa femoralis* Motschulsky], csikos káposztalevél-bolha [*Phyllotreta vittata* Fabricius], rizsbogár [*Oulema oryzae* Kuwana], Kolorádo bogár [*Leptinotarsa decemlineata*], [*Cassida Nebulosa* Linné], rizsnövényzsizsik [*Echinocnemus squameus* Billberg], zöldségzsizsik [*Listroderes obliquus* Klug], legyek [*Diptera*], például házilégymoly [*Musca domestica vicina* Macquart], daloszláng [*Culex pipiens pallens* Coquillett], nagybögő [*Tabanus trigonus* Coquillett], hagymalégymoly [*Hylemya antiqua* Meigen], babszárontó légy [*Hylemya platura* Meigen], ugrósáská [*Orthoptera*], például keleti vándorsáska [*Locusta migratoria* Linné], afrikai lőtűcsök [*Gryllotalpa africana* Palisot de Beauvois],

stb.), természetek (reticulopterous insects) {például német csótány [*Blattella germanica* Linné], füstbarnacsótány [*Periplaneta fuliginosa* Serville]}, pókatkák {például közönséges takácsatka [*Tetranychus urticae* Koch], vörös citrom takácsatka [*Panonychus citri* McGregor], Kanzawa takácsatka [*Tetranychus kanzawai* Kishida], kármintakácsatka [*Tetranychus telarius* Linné], vörös takácsatka [*Panonychus ulmi* Koch], citruslevélatka [*Aculus pelekassi* Keifer]}, nematodák {például fehér-rizs típusú nematodák [*Aphelenchoides bessevi* Christie]}.

A találmány szerinti vizes szuszpenzió biztonságos és jól alkalmazható agrokémiai készítmény, amely növényekkel és emlősökkel szemben alacsony toxicitást mutat. A készítmény előállítás formájában, vagy alkalmazáskor valamilyen megfelelő közegben (például vízben) hígítva alkalmazható. Az ajánlott alkalmazási módszer függ a kezelendő növénytől, de általában szét-szórással, például permetezéssel, csepegtetéssel, vagy elárasztással (például rizsföld, virágos/gyümölcsöskert, legelő, vagy bevetetlen föld) alkalmazható. Specifikus alkalmazási módszerek például a légi permetezés, a talajkezelés, levélre való felvitel, palántaládikák kezelése, ültetőbarázdákra kézzel történő felvitel, vetőmagcsávázás, talajkezelés, direkt alkalmazás kártevőkre, valamint az árvizes rizsföldek kezelése.

A találmány szerinti agrokémiai készítmény esetében az ajánlott dózis nagymértékben függ a hatóanyag koncentrációjától, de általában körülbelül 1–500 g, előnyösen 1–200 g hatóanyagot alkalmazunk hektáronként kártevők és gyümölcskártevők ellen rizsföldön és termőföldön (például tea, búza, cukorrépa, kukorica, pamut, burgonya) alkalmazva.

Az alábbi példák és teszt-példák a találmány szerinti készítményeket illusztrálják. Az itt alkalmazott Ia vegyületet a JP-A 157308/1991 számú közrebecsátási iratban ismertetett (4. táblázat, 19. számú vegyület) eljárással állítjuk elő. A továbbiakban minden rész, illetve százalék tömegrészt, illetve tömegarányt jelent.

1. példa

Ia vegyület	20 rész
New Kalgen FS-4	5 rész
Agrimer 30	1 rész
Polietilénlikol (PEG6000)	2 rész
Rhodopol 23	0,1 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
Etilénlikol	4 rész
Kunipia F	1 rész
n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
víz	kiegészítésül 100 rész

A fenti alapanyagokat nagy sebességű keverőben alaposan összekeverjük, és Dynomill (gyártó cég Shinmaru Enterprises, 1,0 mm üveggyöngyök, 80%-os töltési arány, kerületi sebesség 15 mm/sec) malomban (egy lépésben) nedvesen őröljük. Így 20% Ia vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.

A „kiegészítésül 100 rész” kifejezés alatt azt értjük, hogy a vizes szuszpenziót, a többi összetevőhöz vizet adagolva, 100 részre egészítjük ki.

2. példa

Ia vegyület	20 rész
New Kalgen FS-4	5 rész
Agrimer AL-10	1 rész
5 Stavirose MKK 100	0,5 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
Etilénlikol	4 rész
Aerosil COK84	1 rész
n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
10 víz	kiegészítésül 100 rész

A fenti összetevőkből az 1. példa szerinti eljárást alkalmazva 20% Ia vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.

3. példa

Ia vegyület	20 rész
New Kalgen FS-7	3 rész
Agrimer ST	1 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
20 Etilénlikol	4 rész
Aidplus ML70DS-NV	1 rész
n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
víz	kiegészítésül 100 rész
25 A fenti összetevőkből az 1. példa szerinti eljárást alkalmazva 20% Ia vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.	

4. példa

Ia vegyület	20 rész
30 New Kalgen FS-7	3 rész
Agrimer VEMA H-240	0,5 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
Etilénlikol	4 rész
Kunipia F	1,5 rész
35 Citromsav-monohidrát	0,1 rész
n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
víz	kiegészítésül 100 rész

A fenti összetevőkből az 1. példa szerinti eljárást alkalmazva 20% Ia vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.

5. példa

Ia vegyület	40 rész
New Kalgen FS-7	5 rész
45 Agrimer AL-30	1 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
Etilénlikol	7 rész
Aerosil COK84	1,5 rész
Rhodopol 23	0,2 rész
50 n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
víz	kiegészítésül 100 rész

A fenti összetevőkből az 1. példa szerinti eljárást alkalmazva 40% Ia vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.

6. példa

Ia vegyület	21 rész
New-Kalgen FS-4	2 rész
Agrimer AL-10	0,5 rész
60 Stabirose MKK 100	0,3 rész

Rhodopol 23	0,1 rész
Kunipia F	0,8 rész
n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
Etilénglikol	4 rész

víz kiegészítésül 100 részig

A fenti összetevőkből az 1. példa szerinti eljárást alkalmazva 21% la vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.

7. példa

la vegyület	21 rész
New Kalgen FS-4	2 rész
Agrimer AL-10	0,5 rész
Polietilénglikol (PEG 6000)	2 rész
Rhodopol 23	0,05 rész
Kunipia F	0,65 rész
n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
Etilénglikol	4 rész

víz kiegészítésül 100 részig

A fenti összetevőkből az 1. példa szerinti eljárást alkalmazva 21% la vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.

8. példa

la vegyület	21 rész
New Kalgen FS-4	2 rész
Agrimer AL-10	0,5 rész
Polietilénglikol (PEG 6000)	2 rész
Kunipia F	0,8 rész
n-butyl-p-hidroxi-benzoát	0,1 rész
Habzágató Anti-foam E-20	0,2 rész
Etilénglikol	4 rész

víz kiegészítésül 100 részig

A fenti összetevőkből az 1. példa szerinti eljárást alkalmazva 21% la vegyületet tartalmazó vizes szuszpenziót állítunk elő.

1. teszt példa

Az 1–8. példák szerint előállított vizes szuszpenziók alkalmazásával a következő módszerekkel mérjük azok viszkozitását, vízben való diszpergálhatóságát, a tízszeres hígítású oldatok stabilitását és az összetapadási hajlamot.

(1) a viszkozitást 25 °C hőmérsékleten, B típusú viszkoziméterben mérjük.

(2) vízben való diszpergálhatóság: 500 ml-es üreges hengert 500 ml vízzel megtöltünk, majd 0,5 ml vizsgálandó szuszpenziót csepegtetünk és a diszperziót a következőképpen értékeljük: (A) nagyon jó, (B) jó, (C) elégséges, és (D) nem diszpergálódott.

(3) tízszeres hígítású oldat stabilitási tesztje: 500 ml-es üreges hengert 450 ml vízzel és 50 ml hígított (folyékony) szuszpenzióval töltünk meg, ezután tízszer megfordítjuk. A vizsgálandó szuszpenziót 15 óra hosszat állni hagyjuk, majd vizsgáljuk a vizes fázis szeparálódási fokát.

(4) összetapadási hajlam: A vizsgálandó szuszpenziót, elkészítését követően, 12 hónapig állni hagyjuk,

majd a tartály alján megvizsgáljuk a részecskék összetapadásának fokát.

1. táblázat
Eredmények

Minta	Viszkozitás (mPa · s)	Vízdiszpergálhatóság	Szeparálódási fok (%)	Összetapadás
1. példa	230	A	2,1	nem
2. példa	150	A	1,8	nem
3. példa	65	A	3,2	nem
4. példa	370	A	3,0	nem
5. példa	280	A	1,1	nem
6. példa	290	A	2,1	nem
7. példa	390	A	2,4	nem
8. példa	250	A	2,1	nem

Az 1. táblázatból jól látható, hogy a találmány szerinti vizes szuszpenzió alacsony, azaz legfeljebb 700 mPa · s-os, viszkozitással, jó vízben való diszpergálhatósággal, és jó tárolhatósággal (a raktáron lévő szuszpenzió stabil) rendelkezik.

Az (i) az (I) képletű vegyületet vagy sóját; (ii) formaldehidnek aromás szulfonsavval vagy sójával képzett kondenzátumát, vagy poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot; és (iii) egy abszorbeáló vízoldható polimert tartalmazó vizes szuszpenzió, előnyösen alkalmazható mezőgazdasági készítmény, legfeljebb 700 mPa · s-os viszkozitással rendelkezik, a készítmény tartályból jól kijuttatható, a hígítóvízben nagyon jó diszpergálhatóságot és összetapadt részecskéktől mentesen hosszú távú fluiditást mutat.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Mezőgazdasági hasznosításra alkalmas, stabil vizes szuszpenzió, amely

(i) hatóanyagként (I) általános képletű guanidinszármazékot vagy sóját

(ii) formaldehidnek aromás szulfonsavval vagy sójával képzett kondenzátumát vagy egy poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot és

(iii) legalább egy abszorbeáló vízoldható polimert poli(vinil-pirrolidon), poli(alkilezett vinil-pirrolidon), vinil-pirrolidon-sztirol blokk-kopolimer és metil-vinil-éter-maleinsavanhidrid közül választva és

adott esetben

(iv) legalább egy nem abszorbeáló vízoldható polimert és

adott esetben

(v) legalább egy kiegészítő szuszpendálószer tartalmaz, és a szuszpenzió viszkozitása legfeljebb 700 mPa · s.

2. Az 1. igénypont szerinti szuszpenzió, amely a készítmény összetömegére számítva 1–10% formaldehidnek aromás szulfonsavval vagy sójával képzett kondenzátumot tartalmaz, és a szuszpenzió viszkozitása legfeljebb 700 mPa · s.

zátumát vagy poli(oxi-etilén)-allil-fenil-éter-szulfátot tartalmaz.

3. Az 1. igénypont szerinti szuszpenzió, amely legalább egy kiegészítő nem abszorbeáló vízdíszható polimert is tartalmaz.

4. A 3. igénypont szerinti szuszpenzió, amely nem-abszorbeáló vízdíszható polimerként poliol típusú polimer, poliszacharid vagy polietilén-glikol közül egyet vagy többet tartalmaz.

5. A 3. igénypont szerinti szuszpenzió, amely nem-abszorbeáló vízdíszható polimerként xantángumi, keményítő vagy polietilén-glikol közül egyet vagy többet tartalmaz.

6. Az 1. igénypont szerinti szuszpenzió, amely legalább egy kiegészítő szuszpendálószer is tartalmaz.

7. A 6. igénypont szerinti szuszpenzió, amely kiegészítő szuszpendálószerként montmorillonit, koloid szilícium-oxid, szilícium-oxid és alumínium-oxid koloid keveréke vagy szepiolit közül egyet vagy többet tartalmaz.

8. Eljárás az 1. igénypont szerinti szuszpenzió előállítására, *azzal jellemezve*, hogy (i) az (I) képletű guanidinszármazékot vagy sóját; (ii) formaldehidnek aromás szulfonsavval vagy sójával képzett kondenzátumát vagy poli(oxi-alkilén)-allil-fenil-éter-szulfátot; (iii) abszorbeáló vízdíszható polimert, adott esetben (iv) nem abszorbeáló vízdíszható polimert és (v) adott esetben kiegészítő szuszpendálószer vízben szuszpendáljuk.

9. Eljárás rovarok irtására, *azzal jellemezve*, hogy az 1. igénypont szerinti vizes szuszpenziót hatékony mennyiségben a termőföldre juttatjuk ki.

