



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1039436 A

3 (51) В 01 J 13/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

- (21) 2896355/23-05  
(22) 25.03.80  
(31) 023566  
(32) 26.03.79  
(33) США  
(46) 30.08.83. Бюл. № 32  
(72) Джордж Бернард Бистмен и Джон Майлей Деминг (США)  
(71) Монсанто Компани (США)  
(53) 678.024(088.8)  
(56) 1. Патент Великобритании № 1371179, кл. В 8 С, опублик. 1974.  
2. Патент США № 3577515, кл. 424-32, опублик. 1971 (прототип).  
(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОКАПСУЛ диспергированием в водной фазе, содержащей эмульгатор, органической фазы из полиметилениполифенилизотиоцианата

и вещества, не смешивающегося с водой, при температуре от комнатной до 70°C, добавлением полифункционального амина, выбранного из группы 1,6-гексаметилендиамин, бис-гексаметиленотриамин, диэтиленотриамин, триэтиламин, тетрамин, тетраэтиленпентамин, пентаметиленигексамин, отличающийся тем, что, с целью предотвращения агломерации, снижения проницаемости и увеличения выхода микрокапсул, используют 30,5-52,2% от веса компонентов обеих фаз вещества, не смешивающегося с водой, в качестве эмульгатора - 0,8-1,7% лигнинсульфоната натрия, калия, кальция или магния, при содержании полиметилениполифенилизотиоцианата и полифункционального амина 1,6-9,2% и 1,8-9,9% соответственно.

(19) SU (11) 1039436 A

Изобретение относится к получению микрокапсул, которые находят широкое применение для капсулирования различных жидкостей, не смешивающихся с водой, например красителей, чернил, химических реагентов, фармацевтических препаратов, вкусовых веществ, пестицидов, гербицидов и т.п.

Известен способ получения микрокапсул, заключающийся в диспергировании органической пестицидной фазы, содержащей полиметилениполифенилизоцианатный или толуолдиизоцианатный мономер, в водной фазе, причем процесс пленкообразования инициируется нагреванием до повышенной температуры, при которой на границе раздела фаз гидролизуются изоцианатные мономеры с образованием аминов, которые, в свою очередь, реагируют с негидролизованнными изоцианатными мономерами с образованием полимочевинной стенки микрокапсулы [1].

Недостаток указанного способа — возможность продолжения реакции мономеров после упаковки. Хотя реакция мономеров количественна, гидролиз изоцианатных мономеров может идти еще дальше с выделением  $\text{CO}_2$ , проявляющимся в повышенном давлении в упакованном препарате.

Наиболее близким к предлагаемому является способ получения микрокапсул диспергированием в водной фазе, содержащей эмульгатор (поливиниловый спирт) органической фазы из полиметилениполифенилизоцианата и вещества, не смешивающегося с водой, при температуре от комнатной до  $70^\circ\text{C}$ , добавлением полифункционального амина, выбранного из группы 1,6-гексаметилендиамин, дис-гексаметилен-3-триамин, диэтилентриамин, триэтиламинтетрамин, тетраэтиленпентамин, пентаметилгексамин [2].

Однако попытки капсулирования таким образом высоких концентраций веществ, не смешивающихся с водой, например гербицидов на основе ацетанилида и тиокарбамата (480–600 г/л), дают неудовлетворительные результаты из-за спекания или затвердевания готовых суспензий, неполного капсулирования гербицидного вещества, проникновения небольших количеств гербицидов через полимерные стенки капсул.

Цель изобретения — предотвращение агломерации, снижение проницаемости и увеличение выхода микрокапсул.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения микрокапсул диспергированием в водной фазе, содержащей эмульгатор, органической фазы из полиметилениполифенилизоцианата и вещества, не смешивающегося с водой, при температуре от комнатной до  $70^\circ\text{C}$ , добавлением полифункционального амина, выбранного из группы 1,6-гексаметилендиамин, дис-гексаметилен-3-триамин, диэтилентриамин, триэтиламинтетрамин, тетраэтиленпентамин, пентаметилгексамин, используют 30,5–52,2% от веса компонентов обеих фаз вещества, не смешивающегося с водой, в качестве эмульгатора — 0,8–1,7% лигнинсульфоната натрия, калия, кальция или магния, при содержании полиметилениполифенилизоцианата и полифункционального амина 1,6–9,2% и 1,8–9,9 соответственно.

Пример 1. Исходные данные следующие:

	%	г
96%-ный технический триаллат	30,5	200,0
РАР1-135 <sup>Р</sup>	2,7	13,9
40%-ный ГМДА	3,0	15,1
Реак 88 В <sup>Р</sup>	0,8	4,0
Сульфат аммония	26,1	132,0
Вода	27,9	141,3

200 г технического триаллата, содержащего 13,9 г полиметилени-фенилизоцианата марки РАР1-135<sup>Р</sup>, эмульгируют в 141,3 г воды, содержащей 4,0 г лигнинсульфоната натрия марки Реак 88 В<sup>Р</sup>, причем технический триаллат и РАР1-135<sup>Р</sup> выдерживают при  $50^\circ\text{C}$ , а температура водного раствора, содержащего лигнинсульфонатный эмульгатор, составляет  $50^\circ\text{C}$ .

Эмульгирование осуществляют с помощью смесителя Вэринга при высокой скорости сдвига. К эмульсии, уменьшая скорость сдвига, добавляют 15,1 г 40%-ного 1,6-гексаметилендиамина (ГМДА). Через 20 мин добавляют еще 132,0 г сульфата аммония, после чего препарат разливают по бутылкам. Диаметр получаемых микрокапсул колеблется в пределах 1 – 10 мк. Получаемый препарат содержит 500 г капсулированного технического триаллата на литр водного раствора. Через определенный срок времени не наблюдается ни агломерации, ни образования кристаллов.

Пример 2. Исходные компоненты следующие:

	o/o	г
91%-ный технический алахлор	49,2	200,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	15,0
35%-ный ГМДА	4,9	20,0
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	3,8
Вода	41,3	168,0

200 г. технического алахлора, выдерживаемого при 50°C и содержащего 15,0 г PAP1<sup>R</sup>, выливают в 168,0 г воды, содержащей 3,8 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 B<sup>R</sup> в качестве эмульгатора, при высокой скорости сдвига, вследствие чего температура внутри сосуда повышается до 60°C. Затем к эмульсии добавляют 20 г 35%-ного ГМДА, одновременно сокращая скорость сдвига. Получаемый препарат содержит 527 г капсулированного технического алахлора на литр водного раствора. Диаметр получаемых микрокапсул составляет 1-10 мк. Образующийся примерно 20%-ный жидкий слой перевешивают мягким взбалтыванием.

**Пример 3.** Исходные компоненты следующие:

	o/o	г
91%-ный технический алахлор	49,0	200,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	15,0
40%-ный ГМДА	4,0	16,5
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	3,8
Вода	38,2	155,9
Этиленгликоль	4,2	17,1

200 г. технического алахлора, содержащего 15,0 г PAP1<sup>R</sup>, эмульгируют в 155,9 г воды, содержащей 3,8 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 B<sup>R</sup>, причем технический алахлор и PAP1<sup>R</sup> выдерживают при 50°C, а водный раствор, содержащий лигнинсульфонатный эмульгатор при температуре около комнатной. Эмульгирование осуществляют при высокой скорости сдвига. К эмульсии, уменьшая скорость сдвига, добавляют 17,1 г этиленгликоля, после чего препарат разливают по бутылкам. Оседаящий со временем слой полностью перевешивают мягким размешиванием.

При протирании препарата через сито в 325 меш (размер отверстий 45 мк) на сите остается только незначительное количество частиц величиной более 45 мк. С течением времени не происходят агломерации или же образования кристаллов гербицида.

**Пример 4.** Исходные компоненты следующие:

	o/o	г
96,6%-ный технический пропахлор	46,4	100,0

	%	г
PAP1 <sup>R</sup>	3,5	7,5
35,8%-ный ГМДА	4,3	9,3
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	2,0
Вода	44,9	96,6

Исходные материалы и сосуды смеси Вэринга выдерживают при 70°C. 100,0 г 96,6%-ного технического пропахлора, содержащего 7,5 г PAP1<sup>R</sup>, эмульгируют в 96,6 г воды, содержащей 2,0 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 B<sup>R</sup>, с использованием смесителя Вэринга, работающего с высокой скоростью сдвига. К эмульсии добавляют 9,3 г 35,8%-ного ГМДА, уменьшая при этом скорость сдвига смесителя. Получают капсулы диаметром 1 - 60 мк, причем диаметр большинства из них составляет 1-20 мк.

**Пример 5.** Исходные компоненты следующие:

	%	г
90%-ный технический бутахлор	50,8	100,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,8	7,5
35,8%-ный ГМДА	4,7	9,3
Reax 88 B <sup>R</sup>	1,0	2,0
Вода	39,7	77,9

100,0 г. технического бутахлора (90%-ного), содержащего 7,5 г PAP1<sup>R</sup> и выдерживаемого при комнатной температуре, эмульгируют в 152,4 г воды, содержащей 2,0 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 B<sup>R</sup>, при высокой скорости сдвига смесителя. К эмульсии добавляют 9,3 г 35,8%-ного ГМДА, уменьшая при этом скорость сдвига смесителя. Получают частицы, имеющие сферическую или неправильную форму, диаметром 1 - 30 мк, причем диаметр большинства из них составляет 1-20 мк.

**Пример 6.** Исходные компоненты следующие:

	%	г
90%-ный технический алахлор	49,4	200,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	15,0
40%-ный ГМДА	4,1	16,7
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	3,8
Вода	37,7	152,4
Этиленгликоль	4,2	17,1

Работают согласно примеру 2 за исключением того, что сосуд помещают в ледяную баню, поэтому температура не превышает 50°C. В течение 20 мин поддерживают высокую скорость сдвига, после чего добавляют 17,1 г этиленгликоля. Затем разливают препарат по бутылкам. Диаметр почти всех частиц составляет менее 45 мк, только очень незначительное количество продукта ос-

тается на сите в 325 меш (максимальные размеры отверстий 45 мк).

Пример 7. Исходные компоненты следующие:

	%	г
93%-ный технический алахлор	45,5	200
РАР1-135 <sup>Р</sup>	3,2	13,9
70%-ный БГМТА	3,4	15,1
Reax 88 В <sup>Р</sup>	0,9	4,0
NaCl	9,3	41,0
Вода	37,7	166,1

200,0 г технического алахлора, содержащего 13,9 г РАР1-135<sup>Р</sup>, эмульгируют в 166,1 г воды, содержащей 4,0 г лигнинсульфоната натрия Reax 88 В<sup>Р</sup>, причем все компоненты выдерживают при 50°C. Эмульгирование осуществляют с помощью смесителя Веринга, работающего с высокой скоростью сдвига. К эмульсии добавляют 15,1 г 70%-ного бис-гексаметилентриамина (БГМТА), уменьшая при этом скорость сдвига смесителя. Через 20 мин добавляют 41,0 г хлорида натрия и разливают препарат по бутылкам. Получаемые микрокапсулы большей частью имеют сферическую форму, только определенное количество из них неправильной формы. Диаметр частиц 1-1,5 мк, причем диаметр большинства из них 1-1,0 мк.

Пример 8. Исходные компоненты следующие:

	%	г
90%-ный технический алахлор	47,8	200,0
Мондур МР <sup>Р</sup>	3,6	15,0
ГМДА (40%-ный)	4,0	16,7
Reax 88 В <sup>Р</sup>	0,9	3,8
Вода	39,6	165,4
Этиленгликоль	4,1	17,1

200,0 г 90%-ного технического алахлора, содержащего 15,0 г полиметилениполифенилизотианата марки Мондур МР<sup>Р</sup> при 50°C, эмульгируют в 165,4 г воды, содержащей 3,8 г Reax 88 В<sup>Р</sup> (при комнатной температуре). Эмульгирование осуществляют при высокой скорости сдвига. К эмульсии добавляют 16,7 г 40%-ного ГМДА, одновременно сокращая скорость сдвига и обеспечивая мягкое размешивание. Через 20 мин добавляют еще этиленгликоль. Получаемые частицы имеют неправильную форму. Их диаметр составляет 1-20 мк, в большинстве случаев 1-10 мк.

Пример 9. Исходные компоненты следующие:

	%	г
90%-ный технический алахлор	49,4	45,4
РАР1 <sup>Р</sup>	3,7	3,4
ГМДА (40%-ный)	4,4	4,1
Reax 88 В <sup>Р</sup>	0,9	0,9
Вода	37,4	34,3
Этиленгликоль	4,2	3,9

В барабан емкостью 208 л помещают 45,4 кг 90%-ного технического алахлора при 60°C и растворяют в нем 3,4 кг РАР1<sup>Р</sup>. Затем, не размешивая смесь, добавляют 34,3 кг воды, содержащей 0,9 кг Reax 88 В<sup>Р</sup>. После этого эмульгируют, размешивая смесь с помощью указанного гомогенизатора. К эмульсии добавляют затем 4,1 кг 40%-ного ГМДА. Через 20 мин добавляют 3,9 г этиленгликоля и препарат расфасовывают в однолитровых контейнерах. Получаемые микрокапсулы большей частью имеют сферическую форму и только незначительное количество из них неправильной формы. Диаметр частиц составляет 1-60 мк, в большинстве случаев 1-20 мк.

Пример 10. Исходные компоненты следующие:

	%	г
90%-ный технический алахлор	46,8	200,0
РАР1 135 <sup>Р</sup>	1,6	7,0
ГМДА (40%-ный)	1,8	7,6
Reax 88 В <sup>Р</sup>	0,9	3,8
Вода	39,6	169,0
Хлорид натрия	9,3	39,7

Исходные вещества, кроме хлористого натрия и 40%-ного ГМДА, выдерживают при 50°C. 200 г 90%-ного технического алахлора, содержащего 7,0 г РАР1-135<sup>Р</sup>, эмульгируют в 169 г воды, содержащей 3,8 г Reax 88 В<sup>Р</sup>, с использованием смесителя Веринга, работающего с высокой скоростью сдвига. При одновременном снижении скорости сдвига, обеспечивающем мягкое размешивание эмульсии, к последней добавляют 7,7 г 40%-ного ГМДА. Через 20 мин с целью уравнивания плотности водной фазы и плотности взвешенных микрокапсул добавляют 39,7 г хлористого натрия. Получают микрокапсулы, имеющие сферическую или неправильную форму и диаметр в пределах 1-20 мк, причем диаметр определенного количества частиц достигает 80 мк. Пример 10 повторяют с применением диэтилентриамин, триэтилентетрамина и пентаметилгексамина как таковых или в сочетании с 1,6-

гексаметилендиамином. В табл. 1 приведены комбинации аминов, их концентрация и количество добавочной воды.

Таблица 1

40%-ный 1,6-гексаметилендиамин, г	Диэтилен-триамин, г	Вода, г
1	2	3

16,4	0,1	0
15,8	0,22	0,7
15,0	0,43	1,3
12,5	1,1	3,1
8,4	2,2	6,1
0	4,3	13,4

Триэтиламинтетрамин

16,4	0,1	0
15,8	0,24	0,7
15,0	0,48	1,2
12,5	1,2	3
8,4	2,4	5,9
0	4,8	13,5

Продолжение табл. 1

1	2	3
---	---	---

Тетраэтиленпентамин

16,4	0,1	0
15,8	0,26	0,6
15,0	0,52	1,2
12,5	1,3	2,9
8,4	2,6	5,7
0	5,2	11,5

Пентаметилгексамин

16,4	0,1	0
15,8	0,28	0,7
15,0	0,55	1,2
12,5	1,4	2,8
8,4	2,8	5,5
0	5,5	11,1

Пример 11. Микрокапсулы получают аналогично примеру 10 за исключением того, что количество PAP1<sup>R</sup> и 40%-ного ГМДА изменяют так, чтобы доля оболочки в пересчете на количество капсулированного гербицида составляла 6-30%. Для получения микрокапсулы с 30% долей оболочки используют 41,7 г (9,2%) PAP1<sup>R</sup> и 45,3 г (9,9%) амина.

Таблица 2

Компоненты	Содержание, г, в % доли оболочки									
	6	7	8	9	10	11	12	15	20	30
PAP1 <sup>R</sup>	8,3	9,8	11,2	12,5	13,9	15,3	16,7	20,9	27,8	41,7
ГМДА (40%-ный)	9,1	10,6	12,1	13,6	15,0	16,6	18,2	22,8	30,0	45,3
H <sub>2</sub> O	166,6	164,0	161,5	159,0	156,7	154,2	151,4	142,8	132,1	125,4

Пример 12. Исходные компоненты следующие:

	%	г
Монохлорбензол	52,2	200,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,6	13,9
ГМДА (40%-ный)	3,9	15,1

Reax 88 B<sup>R</sup> 1,0 4,0  
Вода 39,3 150,0

55 Этот пример иллюстрирует капсулирование органического растворителя. Последовательность добавления отдельных компонентов соответствует примеру 1,

причем все стадии осуществляют при комнатной температуре. С помощью смесителя Вэринга устанавливают среднюю скорость сдвига с понижением последней до мягкого размешивания после добавления диамина. Диаметр получаемых микрокапсул составляет 1-15 мк.

Пример 13. Исходные компоненты следующие:

	%	г
93%-ный алахлор	33,8	1351,4
95%-ный метрибузин	11,0	440,6
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,1	124,6
ГМДА (40%-ный)	3,4	135,3
Кесах 88 В <sup>R</sup>	0,9	35,8
NaCl	11,3	452,7
Вода	36,5	1459,6

Раствор 1351,4 г алахлора, 440,6 г метрибузина и 124,6 г РАР1-135, выдерживаемых при 50°C, эмульгируют в 1459,6 г воды, содержащей 35,8 г лигнинсульфоната натрия марки Кесах 88 В. Эмульгирование осуществляют с помощью гомогенизатора в квадратном сосуде. Затем к эмульсии добавляют 135,3 г 40%-ного ГМДА и сразу прекращают размешивание. Через 10 мин 452,7 г хлористого натрия растворяют в суспензии, которую затем разливают по бутылкам. Диаметр получаемых сферических микрокапсул составляет 1-10 мк.

Пример 14. Исходные компоненты следующие:

	%	г
93%-ный алахлор	32,0	1254,4
92%-ный пинурон	12,0	469,2
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,1	119,8
ГМДА (40%-ный)	3,3	130,1
Кесах 88 В <sup>R</sup>	0,9	34,5
NaCl	11,8	460,0
Вода	36,9	1446,4

Работают по примеру 12. Диаметр получаемых микрокапсул составляет 1-10 мк.

Пример 15. Исходные компоненты следующие:

	%	г
98,5%-ный паратион	38,8	200,0
РАР1-135 <sup>R</sup>	2,7	13,9
ГМДА (40%-ный)	2,9	15,1
Кесах 88 В <sup>R</sup>	1,7	8,5
NaNO <sub>3</sub>	17,7	91,1
Вода	36,2	187,0

Раствор 13,9 г РАР1-135<sup>R</sup> в 200,0 г паратиона эмульгируют в 187,0 г воды, содержащей 8,6 г Кесах 88 В<sup>R</sup>, причем все компоненты выдерживают при 50°C. Эмульгирование осуществляют с помощью

смесителя Вэринга, пользуясь гомогенизатором типа Poulton PT 1020 с целью обеспечения соответствующей скорости сдвига. Затем к эмульсии добавляют 15,1 г 40%-ного ГМДА, после чего прекращают размешивание. Через 5 мин, пользуясь смесителем с целью обеспечения мягкого размешивания, в суспензии растворяют 91,1 г NaNO<sub>3</sub>. Диаметр получаемых сферических микрокапсул составляет 1-10 мк.

Пример 16. Исходные компоненты следующие:

	%	г
2-трет-бутил-2-хлор-N-метоксиметил-6-метил-ацетанид (93%)	48,78	304,00
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,20	21,22
ГМДА (43,26%)	3,20	21,22
Кесах 88 В <sup>R</sup>	0,98	6,50
Вода	53,77	257,66
NaCl	6,11	53,92

В этом примере температуру реакции выдерживают при 50°C, 304,0 г ацетанидного гербицида (93% технического вещества), содержащего 21,22 г РАР1-135<sup>R</sup>, эмульгируют в 257,66 г воды, содержащей 6,50 г Кесах 88 В<sup>R</sup> (лигнинсульфоната натрия). Через 20 с после образования эмульсии одновременно с прекращением размешивания добавляют 21,22 г ГМДА. Через 5 мин добавляют 53,92 г NaCl и растворяют со скоростью сдвига смесителя Вэринга. Получают сферические частицы диаметром 4-10 мк. Препарат является стабильным во времени спloшением.

Пример 17. Исходные компоненты следующие:

	%	г
2-хлор-N-(этоксиметил)-6-этил-ацеттолуид (95,3%)	44,98	303,00
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,14	21,15
ГМДА (43,26%)	3,14	21,15
Кесах 88 В <sup>R</sup>	0,96	6,48
Вода	59,88	268,71
NaCl	7,88	53,12

Все реакционные условия соответствуют примеру 16 за исключением того, что все реагенты применяют при комнатной температуре. Диаметр большинства одинаково сферических микрокапсул составляет 4-10 мк. Препарат является стабильным.

Пример 18. Исходные компоненты следующие:

	%	г
1-1-циклогексен- -1-ил-3-(2-фтор- фенил)-1-метилмо- чевина (95%)	44,03	304,00
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,07	21,22
ГМДА (43,26%)	3,07	21,22
Реах 88 В <sup>R</sup>	0,94	6,50
Вода	39,14	270,24
NaCl	9,74	67,24

Реакционные данные соответствуют  
примеру 16. Диаметр большинства микро-  
капсул составляет 4-15 мк. Препарат  
является стабильным.

Пример 19. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
5-тиазолкарбо- новая кислота, 2-хлор-4-(три- фторметилловый) (фенилметилловый) эфир (98%)	39,08	30,400
РАР1-135 <sup>R</sup>	2,73	21,22
ГМДА (43,26%)	2,73	21,22
Реах 88 В <sup>R</sup>	0,84	6,50
Вода	41,49	322,77
NaCl	13,14	102,20

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16 за исключением того, что  
исходные компоненты применяют при 60°С.  
Диаметр большинства сферических микро-  
капсул составляет 4-10 мк. Препарат  
является стабильным.

Пример 20. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
α-хлор-N-(2-мето- кси-6-метилфенил)- -N-(1-метилэтокси- метил)ацетамид (93%)	51,53	2063,00
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,58	143,4
ГМДА (40,0%)	3,89	155,8
Реах 88 В <sup>R</sup>	1,03	41,3
Вода	39,00	1561,2
NaCl	0,96	38,5

Величина сферических микрокапсул  
составляет 1-10 мк. Препарат является  
стабильным.

Пример 21. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
α-хлор-N-(этокси- метил)-N-(2-метил- -6-)трифторметил (фенил)-ацета- мид (92,4%)	42,58	266,66
РАР1-135 <sup>R</sup>	2,97	18,61
ГМДА (43,26%)	2,97	18,61
Реах 88 В <sup>R</sup>	0,85	5,33
Вода	37,97	237,73
NaCl	12,65	79,24

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16. Диаметр сферических микро-  
капсул составляет 4-10 мк. Препарат  
является стабильным.

Пример 22. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
α-хлор-N-метил- -(2-метил-6-)3- метилбутоксифе- нил)ацетамид (92,5%)	46,83	222,50
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,27	15,53
ГМДА (43,26%)	3,27	15,53
Реах 88 В <sup>R</sup>	1,00	4,76
Вода	39,02	185,40
NaCl	6,60	31,38

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16 за исключением того, что  
все реагенты используют при комнатной  
температуре. Диаметр большинства сфе-  
рических микрокапсул составляет 4-10 мк.  
Препарат является стабильным.

Пример 23. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
α-хлор-N-метил- N-(2-метил-6-про- поксифенил)ацета- мид (96,2%)	44,11	225,0
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,08	15,71
ГМДА (43,26%)	3,08	15,71
Реах 88 В <sup>R</sup>	0,94	4,81
Вода	40,14	204,74
NaCl	8,65	44,12

Все реакционные условия соответствую-  
т примеру 16. Диаметр большинства  
сферических микрокапсул составля-  
ет 4-10 мк. Препарат является стабиль-  
ным.

Пример 24. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
N-(2-бутоксифе- -метилфенил)-α- -хлор-N-метил/ ацетамид (92,2%)	47,93	225,00
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,35	15,71
Реах 88 В <sup>R</sup>	1,02	4,81
ГМДА (43,26%)	3,35	15,71
Вода	39,31	184,54
NaCl	5,04	23,68

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16 за исключением того, что  
все компоненты используют при комнат-  
ной температуре. Диаметр большинства  
сферических микрокапсул составляет  
4-10 мк. Препарат является стабильным.

Пример 25. Исходные компо-  
ненты следующие:

Изобутиловый эфир (2,4-дихлорфенокси)-уксусной кислоты (76,4%)		
ПАР1-135 <sup>R</sup>	50,96	200,00
ГМДА (43,26%)	3,56	13,96
Ресак 88 В <sup>R</sup>	3,56	13,96
Ресак 88 В <sup>R</sup>	1,09	4,28
Вода	29,04	113,96
NaCl	10,72	42,06
CaCl <sub>2</sub>	1,07	4,21
Пример 26. Исходные компоненты следующие:		
	%	г
Алахлор (92,4%)	30,22	120,88
Пропахлор (95,0%)	14,70	58,80
ПАР1-135 <sup>R</sup>	3,10	12,40
ГМДА (43,26%)	3,10	12,40
Ресак 88 В <sup>R</sup>	1,00	4,00
Вода	38,58	154,32
NaCl	9,30	37,20

Условия способа те же самые, что и в примере 16. После добавки амина скорость сдвига снижают. Исходные материалы используют при 60°C. Препарат является стабильным.

Пример 27. Исходные компоненты следующие:		
	%	г
Алахлор (92,4%)	17,40	70,47
Пропахлор (95,0%)	28,25	114,41
Ксилен	6,20	25,11
ПАР1-135 <sup>R</sup>	3,61	14,58
ГМДА (43,26%)	3,61	14,58
Ресак 88 В <sup>R</sup>	1,00	4,05
Вода	33,73	136,61
NaCl	6,20	25,11

Все условия аналогичны примеру 25. Препарат является стабильным. Невозможно было обнаружить запаха растворителя.

Пример 28. Исходные компоненты следующие:		
	%	г
Алахлор технический (91%)	49,0	100,0
ПАР1 <sup>R</sup>	3,7	15,0
ГМДА (40%)	4,0	16,5
Ресак С-21	0,9	3,8
Вода	38,2	155,9
Этиленгликоль	4,2	17,1

Этот пример проводят в соответствии с примером 3. Ресак С-21 - эмульгатор на основе кальцийлигносульфоната.

Пример 29. Исходные компоненты следующие:		
	%	г
Монохлорбензол	52,2	209,0
ПАР1 <sup>R</sup>	3,6	13,9
ГМДА (40%)	3,9	15,1
Ресак С-21 <sup>R</sup>	1,0	4,0
Вода	39,3	150,0

Порядок добавления ингредиентов не отличается от такового примера 1. Все ступени могут проводиться при комнатной температуре. Размеры частиц получаемых микрокапсул колеблются в пределах 1-15 мк в диаметре.

Пример 30. Исходные компоненты следующие:

	%	г
2-(трет-Бутил-2-хлор-Н-метокси-метил-6'-метилацетанилид (93%)	45,75	304,00
ПАР1-135 <sup>R</sup>	3,20	21,22
ГМДА (43,26%)	3,20	21,22
Тресак L75	0,98	6,50
Вода	38,77	257,66
Хлористый натрий	8,11	53,92

В этом примере температуру реакции следует поддерживать в пределах 48-50°C. 304,0 г ацетанилидного гербицида (93% технического материала), содержащего 21,22 г ПАР1-135<sup>R</sup>, эмульгируют в 257,66 г воды, содержащей 6,50 г Тресак L75 - калийлигносульфоната. Через 20 с после образования эмульсии добавляют 21,22 г ГМДА, одновременно снимая сдвиг. Через 5 мин добавляют 53,92 г хлористого натрия и растворяют с применением смесителя Вэринга за счет действия сдвига. Образуются сферические частицы диаметром 4 - 10 мк.

Пример 31. Исходные компоненты следующие:

	%	г
1-(1-Циклогексон-1-ил)-3-(2-фторфенил)-2-метилмочевина (95%)	44,03	304,00
ПАР1-135 <sup>R</sup>	3,07	21,22
ГМДА (43,26%)	3,07	21,22
Тресак L75	0,94	6,50
Вода	39,14	270,24
Хлористый натрий	9,74	67,24

Реакционные условия должны соответствовать условиям примера 30 за исключением того, что все реактивы выдерживаются при комнатной температуре. Размеры микрокапсул колеблются в пределах 4-13 мк по диаметру. Тресак L75 - эмульгатор на основе магнийлигносульфоната.

Пример 32. Исходные компоненты следующие:

Алахлор (92,4%)	17,40	70,47
Пропахлор (98,0%)	28,25	114,41
Ксилол	6,20	25,11
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,61	14,58
ГМДА (43,26%)	3,61	14,58
Реах С-21	1,00	4,05
Вода	33,73	136,61
Хлористый натрий	6,20	25,11

Этот пример проводят в соответствии со способом, описанным в примере 3, за исключением того, что реакцию ведут при 55-60°C.

Пример 33. Исходные компоненты следующие:

	%	г
Алахлор (93,0%)	45,30	200,00
РАР1-135 <sup>R</sup>	3,16	13,95
ГМДА (43,26%)	3,16	13,95
Реах С-21	0,97	4,28
Вода	38,49	169,93
Хлористый натрий	8,10	35,76
Хлористый кальций	0,81	3,58

Условия ведения реакции идентичны условиям примера 32.

Пример 34 (сравнительный).

В качестве эмульгатора используют поливиниловый спирт.

ПВС 0,5%-ный (гельватоль 20-90), г	126,7	(в смешительной чашке)
Алахлор технический (90%), г	200,0	
РАР1 <sup>R</sup> , г	40,0	(первое добавление)
Этилендиамин, г	18,1	
Диэтилентриамин, г	18,1	(второе добавление)

Повышение концентрации алахлора дает очень густую эмульсию или дисперсию после первого добавления. После второго добавления, т.е. после добавления диамина, смесь сразу же затвердевает, масса становится очень горячей, капсулы не образуются.

Пример 35 (сравнительный). Этот пример осуществляют аналогично примеру 34 за исключением того, что компоненты покрывной оболочки, т.е. РАР1 и амины, сокращают по количеству, получая 10%-ную покрывную оболочку относительно капсулируемого гербицида.

ПВС 0,5%-ный (гельватоль 20-90), г	149,8	(в смешительной чашке)
Алахлор технический (90%), г	200,0	
РАР1 <sup>R</sup> , г	13,9	(первое добавление)

10	Этилендиамин, г	6,2	
	Диэтилентриамин, г	6,2	(второе добавление)
	Вода, г	10,0	
15	Этиленгликоль, г	17,1	(третье добавление)

После добавления аминов, т.е. после второго добавления, эмульсия загустевает, и смешительный сосуд надо встряхивать с целью поддержания равномерности смешения. Через 24 ч водная микрокапсульная масса настолько густа, что не льется. Под микроскопом обнаруживают некоторое количество сферических капсул с диаметром от 1 до 10 мк, причем большинство капсул имеют иррегулярную форму. Наблюдается наличие полимерных остатков с ассоциированными с ними кристаллами алахлора.

30	Пример 36 (сравнительный). 0,5%-ный гельватоль 20-90, г	152,0	(в смешительной чашке)
35	Монохлорбензол, г	200,0	(первое добавление)
	РАР1 <sup>R</sup> , г	13,0	
40	Гексаметилендиамин (40)	15,1	(второе добавление)

Эмульсия легко образуется, во время добавления диамина изменений не происходит, образуется однообразная тонкая жидкость. Через 24 ч вся композиция затвердевает и не поддается ожижению даже при быстром взбалтывании. Опыт не продолжается.

50 Таким образом, при использовании изобретения отпадает необходимость отделения полученных микрокапсул от водного раствора, т.е. взвешенные в водной жидкости микрокапсулы могут быть использованы такими, какие они есть; не происходит агломерации микрокапсул в водном растворе даже после некоторого срока времени или же после воздействия повышенных температур; капсулировать

можно концентрированные количества;  
не имеет места повышение вязкости,  
т.е. отверждения смеси с водной смесью  
после определенного срока времени или  
воздействия повышенных температур;  
в случае капсулирования ацетанилидных

или тиокарбаматных гербицидов в водном  
растворе не встречается гербицидных  
кристаллов; микрокапсулы остаются в  
водной жидкости во взвешенном состоя-  
5 нии или же в случае осаждения легко  
взвешиваются повторно.

Редактор А. Лежнина      Составитель И. Девнина      Корректор О. Тигор  
Техред Т. Маточка  
Заказ 6247/60      Тираж 537      Подписное

---

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

---

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4