

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

203 939 B

(21) A bejelentés száma: 5231/87
(22) A bejelentés napja: 1987. 11. 23.
(30) Elsőbbségi adatok:
934 069 1986. 11. 24. US

(51) Int. Cl.⁵

A 01 N 25/10

A 01 N 57/10

A 01 N 47/10

A 01 N 25/26

(40) A közzététel napja: 1989. 05. 29.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1991. 11. 28. SZKV 91/11

(72) Feltalálók:

Cannelongo, Joseph Fredrick, Piscataway,
New Jersey (US)
Ong, Chungjian Jerry, Somerville, New Jersey (US)

(73) Szabadalmaz:

American Cyanamid Company, Stamford,
Connecticut (US)

(54) **Tiofoszforsav-származékot tartalmazó, talajkártévk elleni,
gyantával bevont, nem-szorptív kompozíciók és eljárás előállításukra**

(57) KIVONAT

A találmány szerinti kompozíció hatóanyagként olyan
tiofoszforsav-származékot tartalmaz, amelynek akut
dermális LD₅₀ értéke nyulak és patkányok esetén ke-

vesebb mint 50 mg/kg, poli(vinil-klorid) homo- vagy
kopolimer diszperziós gyanta, stabilizálószer és adott
esetben lágyítószer mellett.

A leírás terjedelme: 8 oldal

HU 203 939 B

A találmány tárgya gyantával bevont, nem-szorptív, granulált peszticid-kompozíciók és eljárás előállításukra.

A találmány közelebből biztonságos, szilárd, gyantával bevont, talajkárték elleni, nem-szorptív kompozícióra vonatkozik. A korábban ismert kompozíciók esetén a bőrre kifejtett toxikus hatás volt megfigyelhető.

A találmány szerinti kompozícióval biztonságossá tett hatóanyagok például O,O-dietil-S-[(1,1-dimetil-etil)-tio]metil)-foszforo-ditioát, más néven: terbufosz és O,O-dietil-S-(etil-tiometil)-foszforo-ditioát, más néven: forát. Ezeket a vegyületeket általában ismerteti a 2 586 656 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás, a terbufoszt ismerteti a 2 596 076 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás és a forátot ismerteti a 2 759 010 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás.

Mind a terbufosz, mind a forát hatásos inszekticid-nematocid talajban és szisztematikusan, és az egész világon kereskedelmi forgalomban van. Sajnos ezek a vegyületek, amellet hogy hatásos inszekticid-nematocid hatóanyagok, az emlősökre nézve is toxikusak, ha az emésztőrendszeren keresztül, belégzéssel vagy bőrön át felszívódva bekerülnek az emlősök keringési rendszerébe. Ez a toxicitás még nyilvánvalóbb az LD₅₀ értékek alapján. Patkányokra az akut orális LD₅₀ érték technikai minőségű forát esetén 1,6–3,7 mg/kg technikai minőségű, terbufosz esetén pedig 1,6 mg/kg. Az akut dermális toxicitás patkányokra technikai minőségű forát esetén 2,5–6,2 mg/kg, technikai minőségű terbufosz esetén pedig 7,4 mg/kg. Hasonlóképpen az akut dermális toxicitás nyulakra technikai minőségű forát esetén 3,1–6,4 mg/kg, technikai minőségű terbufosz esetén pedig 1,0 mg/kg.

Látható, hogy a peszticideket, például terbufoszt, forátot, valamint más, 50 mg/kg értéknél alacsonyabb akut orális és/vagy akut dermális toxicitási értékeket mutató peszticideket kezelő személyek, így azok, akik a gyártással, forgalmazással, kezeléssel, szállítással és alkalmazással foglalkoznak, veszélynek vannak kitéve. Ezek a potenciális egészségbiztonsági problémák hívták életre az erőfeszítéseket, amelyek ezen peszticidek LD₅₀ értékeinek javítására vonatkoznak és olyan kompozíciók előállítására, amelyek jobb biztonsági feltételekkel rendelkeznek, mint az eredetiek. A 4 059 700 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás a terbufosz biztonságának javítására vonatkozó eljárást ismerteti. Terbufosz és forát esetén hordozóanyagként montmorillonitot használnak. A kapott kompozíció dermális toxicitási LD₅₀ értéke a nyulak esetén 27–37 mg/kg. A dermális toxicitás tehát 2-3-szor kisebb, mint a korábbiak. A 4 485 103 és a 4 343 790 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmak szintén a terbufosz és forát inszekticid-nematocid kompozícióinak biztonsági feltételeinek javítására vonatkozik.

Ha terbufosszal vagy foráttal bevont vagy impregnált, inert sorptív vagy nem-sorptív granulált hordozót finoman eloszlatott sorptív szubsztattal és akril-

polimerrel vonnak be, biztonságosabb kompozíciót eredményez, ahogyan ezt nyulak esetén a dermális LD₅₀ érték mutatja, amely 40–80 mg/kg.

Bár az említett módszerek csökkentik a peszticidek, például a terbufosz és forát dermális toxicitását, szükség van olyan gyanta típusú, csökkentett toxicitású peszticid kompozícióra, amely maradék aktivitással és jó biológiai aktivitással rendelkezik. A 4 554 155 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás szabályozott hatóanyagleadású kompozíciókat ismerteti, amelyek számos peszticidet, többek között forátot tartalmazhatnak. Ezek a szabályozott hatóanyagleadású kompozíciók lignint és biológiailag lebontható, vízben nem oldódó szerves polimert tartalmaznak, amelyek a peszticidet a külső felület szerkezeti dezintegrálódásával engedik szabadon. Ilyen módon ezek a kompozíciók azon alapszanak, hogy a mátrix eróziójával szabályozzák a peszticid felszabadulását. Környezeti hatásokra az ilyen kompozíciók felületén a polimer veszít szerkezeti egységességéből és/vagy megtörik. Így újabb biológiailag aktív anyag/polimer felület van kitéve a környezeti hatásoknak, a komponensek további leadásához.

Gyantákat használnak állati nyakörvekben számos ektoparazita leküzdésére. Így például a 4 150 109 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás olyan állati, peszticidtartalmú nyakörveket ismerteti, amelyek diazinont vagy diazoxont, szilárd vinil- vagy vinilidén-alapú makromolekuláris anyagot és lágyítószeret tartalmaznak. Az ilyen állati nyakörvekben használhatóként körülbelül negyven szerves foszfátszármazékot sorolnak fel, azonban a terbufosz és a forát nem szerepel ezek között. Ez nem meglepő, hiszen a terbufosz és a forát talaj és növényi szisztemikus inszekticid, és emlősökre nézve különösen toxikus.

Másfajta, peszticidtartalmú állati nyakörveket ismerteti a 4 134 977 és 4 158 051 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás. Ezeket a nyakörveket 1,2-dibrom-2,2-diklór-etil-foszfáttal, más néven naledel, lágyított poli(vinil-klorid)-dal, nem-párolgó karbamáttal és felület porozitását szabályozó szerrel, például klór-acetaldehiddel, klorallal, bróm-acetaldehiddel, bromallal stb.-vel készítik. Ezek a kompozíciók szabályozottan adják le az inszekticidet az állatot körülvevő pára vagy az állat bundájában továbbjutó por formájában.

A 4 198 782 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás olyan módszert ismerteti, amellyel polimerrel szabályozott hatóanyagleadású peszticidet állítanak elő úgy, hogy laminált, rétegekből álló anyagot granulálnak, amely nem-porózus polimerretegéből, forátot vagy más inszekticidet tartalmazó polimer magból és egy második, az inszekticidet tartalmazó maghoz tapadó nem-porózus szilárd polimer rétegből áll. Az így készített szendvicset granulált részecskékké aprítják. A rovarirtást a granulált inszekticid kompozícióval végzik, azonban amikor a laminált anyagot a felhasználáshoz szükséges méretre vágják, az aktivitás nagy része elvész, és nagyon kicsi vagy semmilyen biztonság sem érhető el.

Más gyanta kompozíciókat ismertet a 4 041 151 és a 4 145 409 sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás. Ezek a szabadalmak inszekticid és akaricid gyanta kompozíciók előállítására vonatkoznak, amelyeket hajlítható nyakörvek formájában állítanak elő az állatok rovarok és atkák ellen történő megvédésére. A kompozícióknak azonban az az elsődleges célja, hogy olyan inszekticid és akaricid szert juttassanak az állat nyakörvébe és testére, amelynek emlíőssökkel szembeni toxicitása viszonylag alacsony. Magas emlíőss-toxicitású peszticidek gyantába történő foglalásra vagy olyan peszticidek, amelyek koncentrált vagy lényegesen javított biztonságú kompozíciót adnak, nincsenek felsorolva.

Bár az említett módszerekkel olyan, terbufosz és/vagy más peszticidet tartalmazó kompozíciókat lehet előállítani, amelyek csökkentett dermális toxicitással és/vagy megnövelt maradék aktivitással rendelkeznek, az ismertetett technológiák alkalmatlannak látszanak arra, hogy a biztonsági értékek megfelelően csökkenjenek, vagy az orális és/vagy dermális LD₅₀ értékek elég alacsonyak legyenek ahhoz, hogy ezek a peszticidek ne tartozzanak a veszélyes peszticidek kategóriájába.

A párhuzamos, T/48 088 számon közzétett, 5228/87 és a T/48 090 számon közzétett 5232/87 sz. magyar szabadalmi bejelentések olyan kompozíciókra vonatkoznak, amelyek a találmány szerinti peszticidekkel kapcsolatos veszélyek csökkentését biztosítják. Az 5228/87 sz. bejelentés gyanta alapú peszticid kompozíciók extrudált szuszpenziójára vonatkozik, az 5232/87 sz. bejelentés pedig diszpergáló gyantát tartalmazó szorptív granulált peszticid kompozícióra vonatkozik. Biztonságos és kívánt biológiai aktivitással rendelkező nem-szorptív granulált rendszer azonban még nem létezik.

A találmány megoldást ad a gyantával bevont, nem-szorptív kompozíciók technika állása szerint megoldhatatlan problémáira.

A találmány tárgya tehát peszticid kompozíciók és eljárás előállításukra, ahol a kompozíciók nagy toxicitású peszticideket, meghatározott polivinil-klorid homo- vagy kopolimer diszperziós gyantákat, amelyeknek megfelelőek a fizikai és kémiai tulajdonságai, meghatározott lágyítószerkeket és meghatározott gyanta-stabilizálószerkeket tartalmaznak. Ezek a kompozíciók meglepően jól alkalmazhatóak a mezőgazdaságban, jelentősen csökkent emlíőss-toxicitást mutatnak a technikai peszticidekkel és a hasonló szokásos kompozíciókkal összehasonlítva.

A találmány szerinti kompozíciók szignifikánsan csökkentett dermális toxicitással rendelkeznek emlíőssökre nézve, továbbá jobb az inszekticid-nematocid aktivitásuk és a maradék hatékonyságuk, és olyan biztonsági értékekkel rendelkeznek, amilyenek ezen peszticidek korábban hozzáférhető kompozícióira nem voltak jellemzőek.

A találmány tárgya tehát talajkártévők elleni új, gyantával bevont, nem-szorptív granulált peszticid-kompozíciók és eljárás a kompozíciók előállítására. A

találmány szerinti új kompozíciók olyan peszticideket tartalmaznak, amelyek technikai minőségének dermális LD₅₀ értéke kevesebb, mint 50 mg/kg patkányok és nyulak esetén. A találmány tárgya továbbá eljárás a fenti peszticid-kompozíciók előállítására.

A kompozíciók a kész termékre nézve 20,0–80,0 tömeg% inert, nem-szorptív granulált hordozót tartalmaznak, amely hordozó peszticidet tartalmazó gyantával van bevonva, amely a késztermékre nézve 1,0–30,0 tömeg% hatóanyagot tartalmaz, amelynek a technikai minősége esetén a dermális LD₅₀ érték nyulak és patkányok esetén kevesebb, mint 50 mg/kg; tartalmaz továbbá 5,0–40,0 tömeg% poli(vinil-klorid) homo- vagy kopolimer diszperziós gyantát, amelynek átlagos molekulatömege körülbelül 200 000–400 000, belső viszkozitása ASTM D 1243 útján mérve körülbelül 1,0–1,32; 0,1–4,0 tömeg% gyanta-stabilizálószer vagy stabilizálószerkeket elegyét; 0,5–2,0 tömeg% szekunder lágyítószer.

A találmány szerinti kompozíciókban alkalmazható peszticidek talaj inszekticidek, szisztematikus inszekticidek, nematocidok, puhatestű-irtószerkeket, nem korlátozó jelleggel a következők: O,O-dietil-S-[(1,1-dimetil-etil)-tio]-metil-foszfor-ditioát (terbufosz), O,O-dietil-S-(etil-tio-metil)-foszfor-ditioát (forát), (±)-O-etil-S-fenil-etil-foszfor-ditioát (fonofosz), dietil-1,3-ditioalan-2-ilidén-foszfor-amidát(foszfolán), 2-metil-2-(metil-tio)-propionaldehid-O-metil-karbamoil-oxin (aldikarb), O,O-dietil-2-etil-tio-etil-foszfor-tioát (demeton), O-etil-S,S-dipropil-foszfor-ditioát (etoprofosz), O,O-dietil-O-2-pirazinil-foszfor-tioát (tironazin) stb.

A terbufosz és a forát különösen előnyösen alkalmazható a találmány szerinti kompozíciókban, mert mindkettő kiváló lágyítószer, és nagyon kiváló talaj és szisztematikus peszticid.

Ez a két vegyület nagyon hatékony talajban kikelt rovarok és nematódák ellen, amelyek a növények gyökérzetét támadják. A vegyületek hatékonyak rágó és lyukasztó rovarok, valamint pókfélék ellen, amelyek a növények lombzatát vagy nedveit fogyasztják.

A találmány szerinti kompozíciókban alkalmazható polimerek például a poli(vinil-klorid) diszperziós gyanta homo- és kopolimer gyanták, amelyeknek átlagos molekulatömege 200 000–400 000, előnyösen 260 000–340 000. Ilyen polimerek széles körben beszerezhetők, például ilyen a B. F. Goodrich diszperziós gyanta Geon 138 típus, amelynek átlagos molekulatömege körülbelül 300 000, belső viszkozitása 1,2, ASTM D 1243 útján mérve.

A találmány szerinti kompozíciókban alkalmazható gyanták tipikus tulajdonságait a következő táblázatban foglaltuk össze:

(A táblázatot lásd a következő oldalon.)

Tipikus tulajdonság	Gyanta	
	137 ⁽⁵⁾	138
Belső viszkozitás		
ASTM D 1243	1,15	1,20
Sűrűség (körülbelül)	1,40	
FDA elfogadhatóság	korlátozott	korlátozott
Folyási tulajdonságok ⁽²⁾ Brookfield LVF viszkozitás, mPa.s, SPI-VD-T ₁		
1 óra, 6 ford/perc	15000	3700
12 ford/perc	13800	3000
1 nap, 6 ford/perc	19400	8400
12 ford/perc	16800	8000
1 hét, 6 ford/perc	25800	18000
12 ford/perc	22300	30000
1 hónap, 6 ford/perc	61500	30000
12 ford/perc	59500	20000
Severs-féle kifolyás, BFG-1010-A		
gm/100 másodperc	10,0	20,0
Severs-féle viszkozitás		
mPa.s	23700	11850
Részecskeméret, mikron, átlagos	1,2	0,92
Vinil diszperzió, mikron, max.	60	30
North-finomság, SPI-VD-T10	4,0	5,0
Gélesedési hőmérséklet, °C		
SPI-VD-T5	71	66
Tisztaság, áteresztett fény százaléka 5,08×10 ⁻⁴ m vastagságú filmen ⁽³⁾	80	91
Gloss-Gardner visszaverőképeség 60 °C-os szögnel	40	91
Hőstabilitás, 191 °C-on öregítve ^{(3),(4)}		
perc a sárgulásig	30 ⁽⁶⁾	30 ⁽⁶⁾
perc a sötétedésig	60 ⁽⁶⁾	60 ⁽⁶⁾
Film-tulajdonságok, ASTM D 882		
Húzószilárdság, MPa, °C-on		
121	6,2	5,0
135	10,9	9,5
149	11,7	16,4
163	12,3	17,8
177	11,0	17,6
191	9,5	17,4
204	7,0	16,6
Megnyúlás %, °C-on		
121	150	100
135	250	200

Tipikus tulajdonság	Gyanta	
	137 ⁽⁵⁾	138
149	365	330
163	380	380
177	340	395
191	287	375
204	267	360

(1) FDA elfogadhatóság az élelmiszerekkel történő érintkezésre vonatkozó „előddleges szankciók” szerint.

(2) Recept: Geon gyanta 100 rész, DOP 60 rész.

(3) 5,08 és 10-4 m vastagságú film 5 percig 177 °C-on olvasztva.

(4) Geon gyanta 100 rész, DOP 60 rész, ESO 5 rész, stabilizálószer 3 rész.

(5) Recept: Geon gyanta 100 rész, DOP 80 rész.

(6) Hővel öregítve 163 °C-on.

(7) Food and Drug Administration (az Amerikai Egyesült Államok kormányának élelmiszer- és gyógyszerellenőrző intézete)

* Megjegyzés: csak az „A” változat.

A találmány szerinti kompozíciókban alkalmazhatók másodlagos lágyítószerkezetek, például szerves ftalátok, pl. butil-benzil-ftalát, diizoonil-ftalát, dibutil-ftalátok, di-2-etil-hexil-ftalát, kétértékű savak észterei, pl. di-2-etil-hexil-adipát, szerves foszfátok, pl. trikrezil-foszfát, epoxilezett szójaolaj, szerves trimellitátok, pl. trioktil-mellitát vagy szerves citrátok, pl. acetil-tributil-citrát, poliészterek, pl. poliészter-adipát, vagy ezek elegye.

A találmány szerinti kompozíciókban stabilizálószerként alkalmazható kalcium/cink-sztearát, epoxilezett szójaolaj, szerves ón-származékok, kétértékű ólom-foszfát, szerves bárium-származékok vagy ezek elegye, beleértve a nehézfémek, alkálifémek vagy alkáliföldfémek hosszú szénláncú zsírsavakkal alkotott sóit és az epoxilezett szójaolajat vagy tallátolajat is.

A találmány szerinti kompozícióban alkalmazható nem-szorptív granulált hordozóanyag például a homok, zúzott márvány, kezelt mészkő, üveggyöngy vagy ezek elegye.

A találmány szerinti nem-szorptív granulált kompozíció előnyösen 40,0–80,0 tömeg% inert, nem-szorptív granulált hordozót, 2,0–20,0 tömeg% peszticidet, előnyösen talaj inszekticidet, szisztémikus inszekticidet vagy nematocidet 10,0–30,0 tömeg% poli(vinil-klorid) homo- vagy kopolimer diszperziós gyantát, amelynek a molekulatömege 260 000–340 000 és belső viszkozitása 1,13–1,26 ASTM D 1243 útján mérve 0,5–2,0 tömeg% szekunder lágyítószerrel, 0,2–1,0 tömeg% kalcium/cink-sztearátot és 0,2–1,0 tömeg% epoxilezett szójaolajat tartalmaz.

A találmány szerinti kompozíciót úgy állítjuk elő, hogy összekeverünk 1,0–30,0 tömeg%, előnyösen 2,0–20,0 tömeg% olyan peszticidet, amelynek technikai fokozata 50 mg/kg értéknél alacsonyabb dermális LD₅₀ értéket mutat patkányok és nyulak esetén, 0,5–2,0 tömeg%, előnyösen 1,0–1,5 tömeg% szekunder lágyítószerrel és 0,1–2,0 tömeg%, előnyösen 0,2–1,0 tömeg% epoxilezett szójaolajjal vagy tallátolajjal mint stabilizáló-lágyítószerrel. Ezt a keveréket szobahőmérsékleten (25 °C) keverjük. Amikor az elegy

20 gyakorlatilag homogén, 5,0–40,0 tömeg%, előnyösen 10,0–30,0 tömeg% poli(vinil-klorid) homo- vagy kopolimer diszperziós gyantát, amelynek a molekulatömege 200 000–400 000 és 0,1–2,0 tömeg%, előnyösen 0,5–2,0 tömeg% gyanta-stabilizálószerrel adunk a peszticid elegyhez, és az elegyet szobahőmérsékleten keverjük, amíg a peszticid elegy és a gyanta elegy egyetlen homogén elegyet nem alkot. A keverést mixerben végezzük.

Ezután egy alkalmas bevonóberendezésbe, például 30 fluidágyas reaktorba, a kész, bevont granulált termékre számítva 20,0–80,0 tömeg%, előnyösen 40–80,0 tömeg% inert, nem-szorptív granulált hordozót mérünk be. Forró, 93,3–148,9 °C-os, előnyösen 107,2–135 °C-os gázáramot, előnyösen levegőt fúvatunk egy, a reaktor alján elhelyezett levegőelosztó lapon keresztül, és szuszpendáljuk a szilárd hordozó részecskéket a felfelé mozgó levegőáramban. Amikor a hordozó részecskék kb. 93,3–148,9 °C-ra melegedtek, a homogén gyanta-elegyet egy, a levegő elosztó lap közepére irányított fűvókán keresztül fluidágyas reaktor aljánál bepermetezzük. A forró levegőáram mellett, hogy szuszpendálja és felmelegíti a hordozót, ráolvasztja a gyanta-elegyet a részecskékre. Az összeolvadás rendszerint 6–15 perc alatt végbemegy. Amikor a részecskék bevonása megtörtént, a levegő vagy gáz melegítését megszüntetjük, és a részecskéket hagyjuk lehűlni. Amikor a bevont részecskék lehűlnek, a gáz vagy levegő befűtását kikapcsoljuk, és a kész termék, azaz a peszticid gyantával bevont nem-szorptív, granulált részecskéket kiürítjük a reaktorból. A kapott termék viszonylag nagy sűrűséggel rendelkezik, ami lehetővé teszi, hogy a bevonattal ellátott granulátumot közvetlenül a barázdába vagy a kiültetett növény sorok mellé vigyük ki, így megakadályozva, hogy a részecskéket a szél és eső az alkalmazás helyéről elvigye.

A találmány szerinti készítmény előnye, hogy a porzás csökkent mértékű és/vagy megszűnt, így csökken a toxikus peszticid kijutása, ezáltal a kezelés, szállítás és alkalmazás lényegesen biztonságosabb. A találmány szerinti kompozíciók esetén lényegesen csökken a der-

mális toxicitás emlősökre nézve a felhasznált peszticidek technikai minőségével összehasonlítva, továbbá azokkal a készítményekkel, amelyek ezeket a peszticideket tartalmazzák.

A talajban kikelt kártevők irtását és a növények ilyen kártevőkkel szembeni védelmét a találmány szerinti kompozíciókkal úgy érhetjük el, hogy a kártevőket tartalmazó talajra és/vagy növényekre 0,25–8,0 kg/ha, előnyösen 0,25–4,0 kg/ha hatóanyagkoncentrációnak megfelelő mennyiségű kompozíciót juttatunk ki.

A találmány szerinti megoldást a következő példával szemléltetjük közelebbről, a korlátozás szándéka nélkül.

Példa

Gyantaal bevonat, nem-szorptív, granulált peszticid kompozíció előállítás

A találmány szerinti eljárás értelmében 475,85 g technikai minőségű terbufoszt (86%-os tisztaság) egy mixerben összekeverünk 30,7 g butil-benzil-ftaláttal és 21,49 g epoxilezett szójaolajjal, kb. 25 °C-on, a keverést addig folytatjuk, míg az elegy homogén nem lesz. Ehhez a keverékhez hozzáadunk 518,83 g poli(vinil-klorid) (PVC) diszperziós gyantát, amelynek átlagos molekulatömege 300 000 és belső viszkozitása ASTM D 1243 útján mérve 1,2, és amely 21,49 g Ca/Zn-sztearátot tartalmaz. A keveréket ezután egy mixerben szobahőmérsékleten addig keverjük, míg a peszticid keverék és a gyanta keverék egyetlen homogén elegyet nem alkot. Ezután egy fluidágyas reaktorba bejuttatunk 2001,64 g homokot. A fluidágyas reaktor alján egy levegő elosztó lapot tartalmaz, amely a levegő átengedésére perforációval van ellátva. A lemez közepénél egy fűvóka van elhelyezve a folyadék bevezetésére, miután a fluidágyas reaktorba a szemcsés szilárd anyagot bevezettük és szuszpendáltuk a felfelé mozgó forró levegőárammal. A perforált levegő elosztó lemezen keresztül forró levegőáramot fúvatunk keresztül, és szuszpendáljuk a homokot a kamrában. A kamra hőmérsékletét 149 °C-ra emeljük, és addig ezen az értéken tartjuk, míg az előzőleg elkészített gyanta elegyet a homokot tartalmazó fluidágy kamrájába nem permetezzük. A homok a kamrában cirkulál, így a részecskék egyenletesen bevonódnak a peszticid-gyanta bevonattal. A melegítést addig tartjuk fenn, míg a peszticid-gyanta bevonat rá nem olvad a homok-részecskékre. A melegítést ezután kikapcsoljuk, a bevonat homokrészecskék fluidágyát hagyjuk lehűlni. Ha a bevonat részecskék lehűltek, a levegőáramot kikapcsoljuk, és a bevonat részecskéket kiürítjük a reaktorból.

A bevonat részecskéket ezután az akut dermális LD₅₀ érték meghatározására nézve kiértékeljük.

A találmány szerinti kompozíció dermális toxicitását a következő módszerrel határozzuk meg, tesztállatként him albino nyulakat használunk.

Anyagok

Minden adagolási szinthez öt darab 2,2–3,5 kg testtömegű albinó nyulat használunk. Az állatok szőrét az

egész törzséről leborotváltuk. Saran-csővet vagy 30,48 mm széles, 0,04 mm vastag VU 1900 „Vinilit” filmet alkalmazunk, amely elég hosszú ahhoz, hogy körülérje a nyulat. Egy darab, 22,86×45,72 mm felületű filc bandázst és négy darab 3,81 mm-es, kb. 35,56 mm hosszú ragasztószalagot használunk.

A szilárd anyagok kezelése

A vizsgálandó granulált kompozíciót a plastik film közepére helyezzük, és vízzel nedvesítjük. A nyulak hasát megnedvesítjük vízzel, és az állatokat hassal ráhelyezzük az anyagra. A filmet ezután felemeljük, és az állat körül ragasztószalaggal rögzítjük. Ezután elhelyezzük a filcet az állat hasa alatt, és a maradék két ragasztószalaggal rögzítjük.

Kiértékelés

Az adagolás után huszonnégy órával a „karmantyút” eltávolítjuk, és minden ottmaradt anyagot lekefélünk. Ha az anyag nem távolítható el, az állatot egy nyakörvvel rögzítjük, amely megakadályozza, hogy az állat a kezelt területet nyalogassa. Az állatokat az adagolástól számítva 14 napig figyeljük meg, feljegyezve a toxicitást, bőrirritáció jeleit és a mortalitást. A 14 nap eltelte után az állatokat leöljük és megmérjük.

Úgy találtuk, hogy a találmány szerinti kompozíció dermális toxicitása nyulakon 130 mg/kg.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Tiofoszforsav-származékot tartalmazó, talajkárttevők elleni, gyantával bevonat, nem-szorptív kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy a késztermék tömegére számítva 20,0–80,0 t% inert, nem-szorptív, granulált hordozót és a fennmaradó részben egy, a hatóanyagot tartalmazó bevonó gyantakompozíciót tartalmaz, a bevonó gyantakompozíció a kész termék tömegére számítva 1,0–30,0 t% hatóanyagból, amelynek technikai fokozata 50 mg/kg-nál kisebb akut dermális LD₅₀ értéket mutat nyulakon és patkányokon; 5,0–40,0 t% poli(vinil-klorid) homo- vagy kopolimer diszperziós gyantából, amelynek átlagos molekulatömege 200 000–400 000 és belső viszkozitása ASTM D 1243 útján mérve 1,0–1,32; 0,1–4,0 t% a fenti gyantához alkalmas stabilizálószerből vagy stabilizálószerkelegéből – előnyösen Ca/Zn-sztearátból, epoxilezett növényi olajokból – 0,5–2,0 t% lágyítószerből – előnyösen ftalátokból – áll.

2. Az 1. igénypont szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy nem-szorptív granulált hordozóként homokot tartalmaz.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként O,O-dietil-S-[(1,1-dimetil-etil)-tio]-metil}-foszfor-ditioátot (terbufoszt) tartalmaz.

4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy poli(vinil-klorid) gyantaként 260 000–340 000 átlagos molekulatömegű és ASTM D 1243 útján mért 1,13–1,26 belső viszkozitású poli(vinil-klorid) gyantát tartalmaz.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy lágyítószerként butil-benzil-ftalátot, epoxilezett szójaolajat vagy ezek elegyét tartalmazza.

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti kompozíció, *azzal jellemezve*, hogy stabilizálószerként kalcium-cink-sztearátot, epoxilezett szójaolajat vagy ezek keverékét tartalmazza.

7. Eljárás tioszoforsav-származékot tartalmazó, talajkártévk elleni, gyantával bevont, nem-szorptív kompozíció előállítására, *azzal jellemezve*, hogy a kész termék tömegére számítva 1,0–30,0 t% hatóanyagot, amelynek technikai fokozata patkányokon és nyulakon 50 mg/kg akut dermális LD₅₀ értéket mutat, összekeverünk 0,5–2,0 t% lágyítószerrel és 0,5–2,0 t% stabilizáló-lágyítószerrel, az elegyet szobahőmérsékleten homogenizáljuk, hozzáadunk 5,0–40,0 t% poli(vinil-klorid) homó- vagy kopolimert, amelynek átlagos molekulatömege 200 000–400 000 és belső viszkozitása ASTM D útján mérve 1,00–1,32, és 0,5–2,0 t% stabilizálószerrel, az elegyet szobahőmérsékleten homogenizáljuk, a kapott gyanta-peszticid-elegyet rászórjuk a 93–149 °C-ra előmelegített nem-szorptív granulátumokra, és a peszticid-gyanta-elegyet ráolvasztjuk a granulátumok felületére.

8. A 7. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a nem-szorptív granulátumokat fluidágyas reaktorban helyezzük el, a reaktorban a granulátumokat felfelé mozgó forró gázzal szuszpendáljuk, a granulátumokat a forró gázzal 93–149 °C-ra melegítjük elő, a granulátumokra rászórjuk a peszticid-gyanta-elegyet és ráolvasztjuk a granulátumok felületére is és a granulátumokat kiürítjük a reaktorból.

9. A 7. vagy 8. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a hőmérsékletet 107,2 és 135,0 °C közötti értékre állítjuk be.

10. A 7–9. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a bevonatként a kész termék tömegére számítva 2,0–20,0 t% O,O-dietil-S-[[[(1,1-dimetil-etil)-tio]-metil]-foszfor-ditioátot (terbufoszt) tartalmazó bevonatot alkalmazunk, poli(vinil-klorid) gyantaként a kész termék tömegére számítva 10,0–30,0 t%, 300 000 átlagos molekulatömegű, ASTM D 1243 útján mérve 1,13–1,26 belső viszkozitású poli(vinil-klorid) gyantát alkalmazunk, a kész termék tömegére számítva 1,0–1,5 t% butil-benzil-ftalát lágyítószerrel, 0,2–1,0 t% kalcium-cink-sztearát stabilizálószerrel, 0,2–1,0 t% epoxilezett szójaolaj stabilizáló-lágyítószerrel és 40,0–80,0 t% homok hordozóanyagot alkalmazunk.