

(19) Országkód:

HU



MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁL MÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

199230 B

(51) Int. Cl.⁵

A 01 N 25/04

(22) Bejelentés napja: 1982.03.26. (21) 933/82

(30) Bejelentés elsőbbsége:
(P 31 11 934.4) 1981.03.26. DE

(40) Közzététel napja: 1984.10.29.

(45) Megadás meghirdetésének dátuma
a Szabadalmi Közlönyben: 1990.02.28.

(72) Feltalálók:

dr. HAUSMANN Heinz, Leichlingen,
dr. NIESSEN Heinz Josef, Bergisch-Gladbach,
TELLE Otto, Köln,
dr. Neumaier Hermann, Leichlingen,
(DE)

(73) Szabadalmaz:

BAYER AG., Leverkusen,
(DE)

(54) VÍZBEN KEVÉSSÉ OLDÓDÓ AGROKÉMIAI HATÓANYAGOT TARTALMAZÓ OLAJ-A-VÍZBEN TÍPUSÚ EMULZÍÓ

(57) KIVONAT

A találmány tárgya olaj-a-vízben típusú, agrokémiai hatóanyagból, alkil-aril-poliglikol-éter és alkil-aril-szulfonsav-só emulgeátor-elegyből és vízből álló emulzió, amely

- 0,1-60 tömeg% mennyiségben olyan agrokémiai hatóanyagot tartalmaz, amely vízben 20 °C-on legfeljebb 0,5 tömeg% mennyiségben oldódik,

- 4-12 tömeg% mennyiségben olyan emulgeátorkeverékkel, amelynek egyik komponense legalább egy (I) általános képletű alkil-aril-poliglikol-éter, a képletben

R¹ jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport,

m értéke 2-3,

n értéke 12-40,

a másik komponense egy (II) általános képletű alkil-aril-szulfonsav-só, a képletben

R³ jelentése 9-15 szénatomos alkilcsoport,

Me[⊕] jelentése egy kalcium-ekvivalens,

ahol a poliglikol-éter és a szulfonsav-só típusú emulgeátor molaránya (1-20):1,

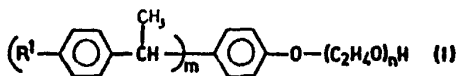
- vízzel,

- adott esetben 1-15 tömeg% vízzel kevéssé elegyedő szerves oldószerrel,

- adott esetben 15-25 tömeg% ismert szolubilizátorral,

- adott esetben 0,1-0,5 tömeg% ismert konzerválószerrel és

- adott esetben - inszekticid hatóanyag esetében - 0,5-2 tömeg% ismert aktivátorral együtt.



HU 199230 B

A leírás terjedelme: 6 oldal, 1 rajz, 6 ábra

A találmány tárgya agrokémiai hatóanyagokat tartalmazó olaj-a-vízben típusú emulzió.

A különböző, vízben kevésbé oldódó agrokémiai hatóanyagokat tartalmazó emulziók között van olyan, amelyik a hatóanyag mellett mindig tartalmaz vagy felületaktív anyagot és töltőanyagot, vagy még inkább viszonylag nagy mennyiségű felületaktív anyagot (3 009 944., 3 011 611. és 2 041 480. számú NSZK-beli közrebocsátási irat és 122 628-77. számú közzétett japán szabadalmi leírás). A töltőanyagok, illetve tenzidek használata plusz költségek jelentkezése következtében az olaj-víz emulziók hátrányát jelenti. Ehhez még hozzájárul az, hogy az ilyen emulziók előállítására eddig leírt eljárások nem mindig használhatók. Lényegében csak azok a vízben oldódó hatóanyagok emulgeálhatók, amelyek szobahőmérsékleten folyékonyak vagy legalábbis nagyon alacsony olvadásponttal rendelkeznek. Hátrány továbbá az, hogy az olaj-víz emulziók általában nem elég hidegállóak, néhány esetben pedig homogenizáló berendezésben kell végezni az emulgeálást.

A találmány tárgya tehát olaj-a-vízben típusú, agrokémiai hatóanyagból, alkil-aril-poliglikol-éter és alkil-aril-szulfonsav-só emulgeátorelegyből és vízből álló emulzió, amely

- 0,1-60 tömeg% mennyiségben olyan agrokémiai hatóanyagot tartalmaz, amely vízben 20 °C-on legfeljebb 0,5 tömeg% mennyiségben oldódik,

- 4-12 tömeg% mennyiségben olyan emulgeátorkeverékkel, amelynek egyik komponense legalább egy (I) általános képletű alkil-aril-poliglikol-éter, a képletben

R¹ jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport,

m értéke 2-3,

n értéke 12-40,

a másik komponense egy (II) általános képletű alkil-aril-szulfonsav-só, a képletben

R³ jelentése 9-15 szénatomos alkilcsoport,

Me² jelentése egy kalcium-ekvivalens,

ahol a poliglikol-éter és a szulfonsav-só típusú emulgeátor molaránya (1-20):1,

- vízzel,

- adott esetben 1-15 tömeg% vízzel kevéssé elegyedő szerves oldószerrel,

- adott esetben 15-25 tömeg% ismert szolubilizátorral,

- adott esetben 0,1-0,5 tömeg% ismert konzerválószerrel és

- adott esetben - inszekticid hatóanyag esetében - 0,5-2 tömeg% ismert aktivátorral együtt.

A találmány szerinti olaj-víz emulziót úgy lehet előállítani, hogy keveréssel homogén keveréket készítenek.

Úgy találtuk, hogy a találmány szerinti olaj-víz emulziók, a hatóanyag-tartalomtól függően, a mezőgazdaságban, kertművelésben, a háztartásokban jól használhatók.

Különösen meglepő, hogy a találmány szerinti olaj-víz emulziók stabilak, mivel a technika állása alapján az volt várható, hogy az ilyen emulziók, amelyek töltőanyagot nem, és tenzidet csak kis mennyiségben tartalmaznak, nem tarthatók el hosszabb ideig. Így a 3 009 944. és 3 011 611. számú NSZK-beli közrebocsátási iratból kitűnik, hogy az ott leírt olaj-víz emulziók stabilizátorként minden esetben töltőanyagot tartalmaznak. A 122 628-77. számú japán közrebocsátási iratban ismertetett emulziókban a tenzidek aránya a hatóanyaghoz képest igen magas. A találmány szerinti olaj-víz emulziók kiváló stabilitása előre nem volt várható.

A találmány szerinti olaj-víz emulzióknak számos előnye van. Így előállításukkor szükségtelenné válik költséges töltőanyagok vagy nagy mennyiségű emulgeátorok alkalmazása. Ezek az emulziók vagy nem tartalmaznak vagy csak igen kis mennyiségben tartalmaznak szerves oldószereket. Ebből következik, hogy nem gyúlékonyak, nem vagy csak kevéssé kellemetlen szagúak a szerves oldószertől, és a hasonló készítményekhez képest, amelyek a szerves oldószereket szokásos koncentrációban tartalmazzák, kevéssé toxikusak, illetve fitotoxikusak. Ebből következik, hogy a találmány szerinti olaj-víz emulziók a szokásos körülmények között a gyakorlatban stabilak. Hosszú ideig tartó tárolás esetén, 50 °C-on és alacsony hőmérsékleten változatlanok maradnak. Végül, a találmány szerinti olaj-víz emulziók egyszerű módon állíthatók elő. Nem szükséges homogenizátorban végezni az emulgeálást. Különös előnye a találmány szerinti emulzióknak, hogy a szobahőmérsékleten szilárd, illetve folyékony, vízben kevéssé oldható hatóanyagok egyaránt emulgeálhatók segítségükkel.

A találmány szerinti olaj-víz emulziók legalább egy, vízben 20 °C-on legfeljebb 0,5 tömeg% mennyiségben oldható agrokémiai hatóanyagot tartalmaznak. Ezek a hatóanyagok az olajos fázisban folyékony állapotban vannak jelen.

Hatóanyagként a szobahőmérsékleten mind folyékony, mind szilárd hatóanyagok alkalmasak. A folyékony hatóanyagokkal szemben az az egyetlen követelmény, hogy vízben nehezen oldódjanak. Ilyen anyagokon azokat értjük, amelyek 20 °C-on vízben legfeljebb 0,5 tömeg% mennyiségben oldódnak. A szilárd hatóanyagokat emulgeálás előtt valamely oldódot elősegítő segédanyagban, például gyakorlatilag nem elegyedő szerves oldószerekben és/vagy szolubilizátorokban feloldjuk.

Agrokémiai hatóanyagokon a jelen esetben azokat a hatóanyagokat értjük, amelyek általában a növényvédelemben használatosak. Ide tartoznak például az inszekticidok, akaricidek, nematodiok, fungicidek, herbicidek, növekedésszabályozók és műtrágyák. Ilyen anyagok például a következők:

O,O-dietil-O-(4-nitro-fenil)-tionofoszforsav-észter,
 O,O-dimetil-O-(4-nitro-fenil)-tionofoszforsav-észter,
 O-(etil)-O-(4-/metil-tio/-fenil)-S-propil-ditiofoszfát,
 (O,O-dietil-tionofoszfóril)- α -oximino-fenil-ecetsav-nitril,
 2-izopropoxi-fenil-N-metil-karbamát,
 3-(metil-tio)-4-amino-6-terc-butyl-1,2,4-triazin-5-on,
 3-(metil-tio)-4-(izobutilidén-amino)-6-terc-butyl-1,2,4-triazin-5-on,
 2-klór-4-(etil-amino)-6-(izopropil-amino)-1,3,5-triazin,
 2,3-dihidro-2,2-dimetil-7-benzofuranil-metil-karbamát,
 3,5-dimetil-4-(metil-tio)-fenil-N-metil-karbamát,
 O,O-dietil-O-(3-klór-4-metil-7-kumarinil)-tiofoszfát,
 γ -hexaklór-ciklohexán,
 6,7,8,9,10,10-hexaklór-1,5-5A,6,9,9A-hexahidro-6,9-metán-2,4,3-benzo-dioxa-tiepin-3-oxid,
 1,4,5,6,7,8,8-heptaklór-4,7-endometilén-3A,4,7,7A-tetrahidro-indén, 2-(2-furil)-benzimidazol,
 5-amino-1-[bisz(dimetil-amido)-foszfóril]-3-fenil-1,2,4-triazol,
 4-hidroxi-3-(1,2,3,4-tetrahidro-1-naftil)-kumarin,
 S-[(1,2-bisz-(etoxi-karbonil)-etil)-O,O-dimetil-ditiofoszforsav-észter,
 O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszforsav-észter,
 O-etil-O-[2-(izopropil-oxi-karbonil)-fenil]-N-izopropil-tionofoszforsav-észter-amid,
 1-(4-klór-fenoxi)-3,3-dimetil-1-(1,2,4-triazol-1-il)-2-butanon, (S)- α -ciano-3-fenoxi-benzil-(1R)-cisz-3-(2,2-dibrom-vinil)-2,2-dimetil-ciklopropánkarboxilát,
 2,2-dimetil-3-(β,β -diklór-vinil)-ciklopropánkarbonsav-(α -ciano-3-fenoxi-4-fluor-benzil)-észter.

A találmány szerinti olaj-víz emulziók emulgeátorként (I) általános képletű alkil-aril-poliglikol-étereket tartalmaznak. A képletben

R¹ jelentése előnyösen egyenes vagy elágazó láncú 1-4 szénatomos alkilcsoport, m értéke 2-3.

Az n értéke előnyösen 12-40, amely átlagértéket jelent.

Az (I) általános képletű vegyületek közül néhányat megnevezünk:

[Bisz(α ,4-dimetil-benzil)-fenil]-poliglikol-éter molekulánként átlagosan 27 etilén-oxid-egységgel,
 [bisz(4-metil-benzil)-fenil]-poliglikol-éter molekulánként átlagosan 27 etilén-oxid-egységgel,
 [tris(α ,4-dimetil-benzil)-fenil]-poliglikol-éter molekulánként átlagosan 17 etilén-oxid-egységgel.

A gyakorlatban ilyen típusú emulgeátorként több (I) általános képletű vegyület eleget használjuk. Különösen olyan (I) általános képletű vegyületek elegyei jöhetnek szóba, amelyek egymástól az etilén-oxid-egységekhez kapcsolódó fenilgyűrű szubsztituenseinek számában különböznek. Így az m index értékeként tört szám is adódhat mint átlagérték. Ilyen anyagok például az (I-1) és (I-2) képletű vegyületek, ahol ilyen átlagértékek adódnak.

Az (I) általános képletű alkil-aril-poliglikol-éterek ismert vegyületek (824 949. számú NSZK-beli szabadalmi leírás).

A találmány szerinti olaj-víz emulziókban alkalmazott alkil-aril-szulfonsav-sókat a (II) általános képlet szemlélteti. A képletben R³ jelentése előnyösen egyenes vagy elágazó szénláncú 9-15 szénatomos alkilcsoport,

Me⁺ jelentése előnyösen egy ekvivalens kalcium-kation.

(II) általános képletű alkil-aril-szulfonsav-sóként például a következőket használhatjuk:

4-(n-dodecil)-fenil-szulfonsav-kalciumsó,

4-(n-nonil)-fenil-szulfonsav-kalciumsó.

A (II) általános képletű alkil-aril-szulfonsav-sók ismert vegyületek [2 041 480. számú NSZK-beli közrebocsátási irat és Hensch és munkatársai: Emulziók, Ullmann, 4. kiadás, 5-83 (1974)]. Általában 50-75%-os koncentrációban, szerves oldószerben - például n- vagy izobutanolban - oldva alkalmazzuk, de oldószer nélkül is alkalmazhatók.

A találmány szerinti olaj-víz emulziókban adott esetben alkalmazott szerves oldószerekként bármely szokásosan alkalmazott, vízzel gyakorlatilag nem elegyedő, szerves oldószer szóba jöhet. Előnyösek például az aromás szénhidrogének, mint például xilol, toluol és dimetil-naftalin, továbbá klórozott aromás szénhidrogének, mint például klór-benzol, azonkívül alifás szénhidrogének, mint például benzol és petroléter, azonkívül halogénezett alifás szénhidrogének, mint például metilén-klorid és kloroform, továbbá cikloalifás szénhidrogének, mint például ciklohexán, továbbá alkoholok, és ketonok, mint például n-butanol, n-hexanol, izohexanol, n-oktanol, ciklohexanol, benzil-alkohol, di-n-butyl-keton és izoforon(3,5,5-trimetil-ciklohexén-2-on-1), továbbá éterek és észterek, mint például glikol-monometil-éter és glikol-monometil-éter-acetát.

A találmány szerinti olaj-víz emulziókban használt szolubilizátor bármilyen szokásos oldást elősegítő anyag lehet. Előnyösen molekulánként 1-8 etilén-oxiddal kondenzált alkil-fenolokat vagy krozolokat használhatunk. Különösen kiemeljük ebből a szempontból az 1-8 etilén-oxiddal kondenzált p-krezolt.

A találmány szerinti olaj-víz emulziók adott esetben konzerválószerket és hatásfo-

kozó szereket (aktivátorokat) is tartalmazhatnak.

Konzerválószerként például 2-hidroxi-bifenil és szorbinsavat alkalmazhatunk. Hatásfokozó szerként például [3,4-(metilén-dioxi)-6-propil-benzil]-(n-butil)-dietilén-glikol-étert (piperonil-butoxidot) használhatunk.

A találmány szerinti olaj-víz emulziókban a komponensek százalékos arányát bizonyos határok között variálhatjuk. A hatóanyag vagy hatóanyagok aránya általában 1 és 60 tömeg% között, előnyösen 5 és 60 tömeg% között lehet. Az (I) általános képletű alkil-aril-poliglikol-éter aránya - (II) általános képletű alkil-aril-szulfonsav-sókkal alkotott elegyében - általában 1-20:1, előnyösen 3-15:1 lehet. A vízzel gyakorlatilag nem elegyedő szerves oldószerek és/vagy szolubilizátorok mennyisége 1-15 tömeg%, illetve 15-20 tömeg% lehet. A víz százalékos aránya a találmány szerinti olaj-víz emulzióban mindig annyi, hogy a 100%-ot kiadja.

A találmány szerinti olaj-víz emulziókban a hatóanyagok adott esetben szerves oldószerek és/vagy szolubilizátorok felhasználásával készült elegyük aránya egyrészt alkil-aril-poliglikol-éterhez viszonyítva, másrészt az alkil-aril-szulfonsav-sókkal készült elegyben bizonyos határok között mozoghat. Általában 1 tömegrész emulgeátorra (vagy emulgeátorelegyre) 1-8 tömegrész, előnyösen 2-6 tömegrész hatóanyagot alkalmazunk, ahol a hatóanyagok adott esetben szerves oldószerekkel és/vagy szolubilizátorokkal készült elegy formájában lehetnek jelen.

A találmány szerinti olaj-víz emulzió előállításánál az előbbieken említett komponensek alkalmazhatók.

Ha a találmány szerinti emulzióban olyan hatóanyagot használunk, amely 40 °C-ig folyékony halmazállapotú, akkor általában felesleges vízzel kevésbé elegyedő szerves oldószert és/vagy szolubilizátort adagolni.

Ha a találmány szerinti emulzióban olyan hatóanyagot használunk, amely 40 °C-ig szilárd halmazállapotú, akkor az emulgeálás előtt a hatóanyagot valamilyen, vízzel gyakorlatilag nem elegyedő szerves oldószerben és/vagy szolubilizátorban fel kell oldani. Annyi szerves oldószert és/vagy szolubilizátort alkalmazunk, hogy azok mennyisége a szilárd anyag oldásához éppen elegendő legyen.

Az előállítási eljárásban a reakcióhőmérsékletet széles határok között változtathatjuk. Általában 10 és 80 °C közötti, előnyösen 20 és 60 °C közötti hőmérsékleten dolgozunk.

Az előállítási eljárást általában úgy végezzük, hogy először egy vagy több hatóanyag, alkil-aril-poliglikol-éter, alkil-aril-szulfonsav-só, adott esetben vízzel kevésbé elegyedő szerves oldószer és/vagy szolubilizátor és adott esetben konzerválószer és/vagy aktivátor homogén oldatát készítjük el, majd ezt az elegyet keverés közben az

adott esetben adalékanyagokat tartalmazó vízhez adjuk. A komponensek arányát úgy választjuk meg, hogy az a keletkező olaj-víz emulzióban mindig a kívánt koncentrációt adja. A sorrend, ahogyan a komponenseket a szerves fázisban összekeverjük, változhat. A szerves fázist a vizes fázishoz célszerűen lassan, egyidejűleg alkalmas keverőberendezésben végrehajtott keverés mellett adagoljuk. Ilyenkor finom részecskeeloszlású emulzió keletkezik, amelyben a cseppecskék átmérője 0,05 és 1 µm között változik. Ha a szerves fázist a vizes fázishoz gyorsabban adagoljuk, a cseppecskék méretének spektruma szélesebb lesz, és a nagyobb átmérőjű cseppecskék irányába tolódik. A keletkezett olaj-víz emulziót homogenizátorban általában nem kell utókezelni, kivánt esetben azonban lehetséges.

A találmány szerinti olaj-víz emulziók vagy elkészített formában vagy hígítás után alkalmazhatók. Az alkalmazási mennyiség az olaj-víz emulzió koncentrációjától és az alkalmazástól függ.

A találmány szerinti olaj-víz emulziókat a szokásos módon kell alkalmazni, tehát permetezéssel, öblítéssel vagy leöntéssel.

A találmány szerinti olaj-víz emulziókat a következő példákkal szemléltetjük.

Előállítási példák

1. példa

25,0 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszforsav-észter inszekticid szert keverés közben 20 és 40 °C közötti hőmérsékleten 10,0 g olyan emulgeátorral elegyítünk, amely egyenlő arányban tartalmaz (I-1), (I-2) és (II-1) képletű vegyületeket, n-butanollal készült 70 tömeg/térfogat%-os oldat formájában.

Az így kapott homogén oldatot 2 perc alatt hozzáadjuk a propellerkeverővel percnként 2000 fordulatos sebességgel kevert, 0,2 g 2-hidroxi-bifenil 64,8 g desztillált vízzel készült oldatához. Az adagolás után még 5 percig keverjük az elegyet. Így vöröses, viszkózus, kolloid emulziót kapunk amely 35 °C alatt 20 hétig tárolva semmilyen fizikai vagy kémiai elváltozást nem mutat.

2. példa

50,0 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszforsav-észtert keverés közben 20 és 40 °C közötti hőmérsékleten 12 g olyan emulgeátorral keverjük, amely 80 tömeg% (I-1) képletű alkil-aril-poliglikol-étert és 20 tömeg% (II-1) képletű 4-(n-dodecil)-fenil-szulfonsav-kalciumsót (n-butanollal készült 70 tömeg/térfogat%-os oldat formájában) tartalmaz. Az így előállított homogén

oldatot 3 perc alatt 0,2 g 2-hidroxi-bifenil 37,8 g desztillált vízzel készült, propeller-keverővel percenként 2000 fordulatot sebességgel kevert oldatához adjuk. Így vöröses, nagy viszkozitású, kolloid emulziót kapunk, amely húsz hetes, 35 °C alatti hőmérsékleten végzett tárolás alatt nem mutat fizikai vagy kémiai elváltozást.

3. példa

25,0 g O-etil-O-[3-metil-4-(metil-tio)-fenil]-N-izopropil-foszforsav-amidátot 20,0 g 1 mól p-krezol 1,5-2 mól etilén-oxiddal végzett kondenzációjával készült szolubilizátorral elegyítjük. Az elegyet a szilárd anyag feloldódásáig szobahőmérsékleten keverjük, majd egymás után hozzáadunk 2,0 g egyenlő arányban (I-1), (I-2) és (II-1) képletű vegyületeket tartalmazó emulgeátorelegyet és 10,0 g (I-1) képletű emulgeátort. Az így kapott homogén oldatot 2 perc alatt hozzáadjuk 0,2 g 2-hidroxi-bifenil 42,8 g desztillált vízzel készült, propeller keverővel percenként 2000 fordulatot sebességgel kevert oldatához. Az adagolás befejezése után a keverést még 6 percig folytatjuk. Így halvány-sárga viszkózus kolloid emulziót kapunk, amely 35 °C alatti hőmérsékleten hetekig tárolva sem fizikai, sem kémiai elváltozást nem mutat.

4. példa

Az 1. példában ismertetett módon előállított, 25,0 g O-etil-S-propil-O-[4-(metil-tio)-fenil]-tionofoszforsav-észterből és 10,0 g (I-1) képletű emulgeátorból álló szerves fázist hozzákeverünk 0,2 g 2-hidroxi-bifenilből és 64,8 g desztillált vízből álló vizes fázishoz. Így enyhén viszkózus fehér emulzió képződik, amely húsz hétig 40 °C alatti hőmérsékleten tárolva sem fizikai, sem kémiai változást nem mutat.

5. példa

A 3. példában ismertetett módon előállított, 1 g 2-izopropoxi-fenil-N-metil-karbamátból, 0,2 g (ciklohex-1-én-1,2-dikarboximido-metil)-2,2-dimetil-3-(2-metil-1-propenil)-ciklopropán-karboxilátból, 1,0 g [3,4-(metilén-dioxi)-6-propil-benzil]-(n-butyl)-dietilenglikol-éterből, 5,0 g n-hexanolból, 5,0 g xilolból, 6,0 g kerozinból és 5,0 g 80 tömeg% (I-1) képletű vegyületből és 20 tömeg% (II-1) képletű vegyületből készült emulgeátorelegyből álló szerves fázist 76,8 g desztillált vízbe keverünk. Sárgásfehér mikroemulzió képződik, amely nyolchetes 54 °C-on végzett tárolás után sem fizikai, sem kémiai elváltozást nem mutat.

6

6. példa

Az 1. példában megadott módon előállított 25,0 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszforsav-észterből és 10,0 g 1. példában megadott emulgeátorból álló szerves fázist 65,0 g desztillált vízhez keverünk. Vöröses viszkózus kolloid emulzió képződik, amely húszhetes 35 °C alatti tárolás után sem fizikai, sem kémiai elváltozást nem mutat.

7. példa

Az 1. példában megadott módon előállított 25,0 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszforsav-észterből, 7,0 g 1. példában megnevezett emulgeátorból és 0,7 g benzil-alkoholból álló szerves fázist 67,3 g desztillált vízhez keverjük. Vöröses viszkózus kolloid emulzió képződik, amely húszhetes 35 °C alatti hőmérsékleten végzett tárolás után sem fizikai, sem kémiai elváltozást nem mutat.

8. példa

A 3. példában leírt módon előállított 5,0 g 2,2-dimetil-3-(β,β -diklór-vinil)-ciklopropánkarbonsav-(α -ciano-3-fenoxi-4-fluor-benzil)-észterből, 10,0 g xilolból és 8,0 g 48 tömeg%-os (I-2) képletű vegyületet, 32 tömeg% (II-1) vegyületet, 16 tömeg% n-butanolt és 4 tömeg% xilolt tartalmazó emulgeátorból álló szerves fázist 77,0 g desztillált vízhez keverünk. Mikroemulzió képződik, amely húszhetes 35 °C alatti tárolás után sem fizikai, sem kémiai elváltozást nem mutat.

9. példa

A 3. példában leírt módon előállított, 5,0 g 2,2-dimetil-3-(β,β -diklór-vinil)-ciklopropán-karbonsav-(α -ciano-3-fenoxi-4-fluor-benzil)-észterből, 10,0 g xilolból, 2,0 g n-butanolból és 5,0 g 48 tömeg% (I-2) képletű vegyületet, 32 tömeg% (II-1) képletű vegyületet, 16 tömeg% n-butanolt és 4 tömeg% xilolt tartalmazó emulgeátorból álló szerves fázist 78,0 g desztillált vízhez keverünk. Mikroemulziót kapunk, amely húszhetes 35 °C alatti hőmérsékleten végzett tárolás után sem kémiai, sem fizikai elváltozást nem mutat.

A találmány szerinti emulgeátorelegyen alkalmazott komponensek külön-külön történő alkalmazásával összehasonlítható kísérleteket végeztünk, amelyeket a következő példákban ismertetünk.

65

A példa

10 g (I-1) képletű alkil-aril-poliglikol-étert keverés közben szobahőmérsékleten hozzáadunk 25 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszfáthoz. A kapott homogén oldatot 3 perc alatt 65 g teljesen ionmentes vízhez adjuk, és a kapott elegyet 10 percig erősen keverjük. Instabil makroemulziót kapunk, amely azonnal szerves és szervetlen fázisra válik szét.

B példa

10 g (II-1) képletű kalcium-4-(n-dodecil)-fenil-szulfonátot n-butanollal készült 70 tömeg/térfogat%-os oldat formájában keverés közben szobahőmérsékleten hozzáadunk 25 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszfáthoz. A kapott homogén oldatot 3 perc alatt 65 g teljesen ionmentes vízhez adjuk, és a kapott elegyet 10 percig erősen keverjük. A kapott elegy azonnal szerves és szervetlen fázisra válik szét.

C példa

10 g emulgeátor-elegyet, amely 5 g (2) képletű poli-glikol-éterből és 5 g (II-1) képletű kalcium-(n-dodecil)-fenil-szulfonátból áll, n-butanollal készült 70 tömeg/térfogat%-os oldat formájában keverés közben szobahőmérsékleten hozzáadunk 25 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszfáthoz. A kapott homogén oldatot 3 perc alatt 65 g teljesen ionmentes vízhez adjuk, és a kapott elegyet 10 percig erősen keverjük. A kapott elegy azonnal szerves és szervetlen fázisra válik szét.

D példa

10 g emulgeátorelegyet, amely 5 g (I-1) képletű alkil-aril-poliglikol-éterből és 5 g (II-1) képletű kalcium-4-(n-dodecil)-fenil-szulfonátból áll, n-butanollal készült 70 tömeg/térfogat%-os oldat formájában keverés közben szobahőmérsékleten hozzáadunk 25 g O,O-dimetil-O-[4-(metil-tio)-3-metil-fenil]-tionofoszfáthoz. A kapott homogén oldatot 3 perc alatt 65 g teljesen ionmentes vízhez adjuk, és a kapott elegyet 10 percig erősen keverjük. Kolloid mikroemulziót kapunk, amely szobahőmérsékleten stabil marad.

A kísérletekből tehát egyértelműen kitűnik, hogy az (I), illetve (II) általános képletű vegyületek külön-külön nem, csak együttesen alkalmaznak adnak megfelelően stabil emulziót.

SZABADALMI IGÉNYPONT

- Olaj-a-vízben típusú, agrokémiai hatóanyagból, alkil-aril-poliglikol-éter és alkil-aril-szulfonsav-só emulgeátorelegyből és vízből álló emulzió, *azzal jellemezve, hogy*
- 0,1-60 tömeg% mennyiségben olyan agrokémiai hatóanyagot tartalmaz, amely vízben 20 °C-on legfeljebb 0,5 tömeg% mennyiségben oldódik,
 - 4-12 tömeg% mennyiségben olyan emulgeátorkeverékekkel, amelynek egyik komponense legalább egy (I) általános képletű alkil-aril-poliglikol-éter, a képletben
 - 15 R^1 jelentése 1-4 szénatomos alkilcsoport, m értéke 2-3, n értéke 12-40, a másik komponense egy (II) általános képletű alkil-aril-szulfonsav-só, a képletben
 - 20 R^3 jelentése 9-15 szénatomos alkilcsoport, $Me^{\oplus}$ jelentése egy kalcium-ekvivalens, ahol a poliglikol-éter és a szulfonsav-só típusú emulgeátor molaránya (1-20):1,
 - vízzel,
 - 25 - adott esetben 1-15 tömeg% vízzel kevéssé elegyedő szerves oldószerrel,
 - adott esetben 15-25 tömeg% ismert szolubilizátorral,
 - adott esetben 0,1-0,5 tömeg% ismert konzerválószerrel és
 - 30 - adott esetben - inszekticid hatóanyag esetében - 0,5-2 tömeg% ismert aktivátorral együtt.

Kiadja az Országos Találmányi Hivatal, Budapest - A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető
R 4900 - KJK

90.2686.66-13-2 Alföldi Nyomda Debrecen - Felelős vezető: Benkő István vezérigazgató

