
Octroiraad



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8005085**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Werkwijze ter bereiding van herkristalliseerd melamine, alsmede de toepassing ervan als meststof.**
- ⑤1 Int.Cl³: C05C11/00, C07D251/62.
- ⑦1 Aanvrager: University of Washington te Seattle, Washington, Ver. St. v. Am.
- ⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.

-
- ⑳1 Aanvraag Nr. 8005085.
- ⑳2 Ingediend 9 september 1980.
- ⑳3 Voorrang vanaf 10 september 1979.
- ⑳3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).
- ⑳1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 74258 .
- ⑳3 --
- ⑳1 --
- ⑳2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 12 maart 1981.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Werkwijze ter bereiding van herkristalliseerd melamine, alsmede de toepassing ervan als meststof.

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op melamine, herkristalliseerd uit technisch bereid melamine voor de verwijdering van bepaalde verontreinigingen daaruit, die fytotoxisch zijn, op het gebruik van het herkristalliseerde melamine als een meststof
5 en op het gebruik van herkristalliseerd melamine tezamen met een vorm van 2.4-dichloorfenoxiazijnzuur voor gecontroleerde afgifte om synergistisch de plantegroei te vergroten.

Stikstof meststoffen, zoals ammoniumnitraat, ammoniumsulfaat en diammoniumfosfaat worden reeds jaren gebruikt als standaardkweke-
10 rij meststoffen voor de kwekerijteelt van conifeerzaailingen alsmede andere platen. Deze verbindingen zijn gemakkelijk in water oplosbaar en logen in drie tot vier weken uit de grond. Het is gewenst, in het bijzonder voor de bemesting van bomen en heesters het stikstofgehalte van de meststof gedurende langere tijdsperiode
15 ter beschikking te hebben, zoals voor een of meer groeiseizoenen. Langzamer oplossende vormen van stikstofverbindingen, zoals ureum, maken het stikstof beschikbaar voor de plant over een langere tijdsperiode. Ureum is met succes toegepast voor het bemesten van coniferen en andere planten. Melamine is ook een langzamer oplossende
20 vorm van stikstof, is matig oplosbaar in water en breekt, indien toegepast op de grond, af over een tijdsperiode om stikstof aan de grond af te staan voor bemesting van de plant; echter technisch bereid melamine is gebleken fytotoxisch te zijn bij de toepassingshoeveelheden, die noodzakelijk zijn voor een doelmatiger plant-
25 bemesting.

Melamine is een bekende chemische verbinding. Het voornaamste gebruik van melamine ligt in de bereiding van harsen en bekledingen, zoals melamine-formaldehydharzen. Melamine wordt in technische hoeveelheden in het algemeen bereid door verhitting van dicyaan-
30 diamide of ureum onder druk. Melamine, alsmede andere triazine verbindingen, zoals cyanuurzuur, ammelide en ammeline, zijn geëvalueerd als stikstofbronnen voor meststoffen. Echter resulteert technisch bereid melamine, indien toegepast in de hoeveelheden, die vereist zijn voor een bevredigende bemesting van de plant, in
35 middelmatige tot ernstige fytotoxiciteit, afhankelijk van de te bemesten plant, de bodemomstandigheden en de hoeveelheid toegepast melamine. Vanwege de fytotoxische effecten van technisch bereid me-

8005085

lamine op planten, is het niet gebruikt als meststof.

Het is een eerste oogmerk van de onderhavige uitvinding een meer zuivere vorm van melamine te verschaffen uit technisch bereid melamine, waarbij het gezuiverde melamine geschikt is voor toepassing als meststof, in het bijzonder bij bomen en heesters.

Het is een verder oogmerk van de onderhavige uitvinding een werkwijze te verschaffen om technisch bereid melamine geschikt te malen als een stikstofbron voor bemesting, zonder dat fytotoxiciteit resulteert, door verwijdering van een of meer in water oplosbare verontreinigingen uit technisch bereid melamine door herkristallisatie uit een waterdispersie ervan en wel één of meer malen om de niet geïdentificeerde verontreinigingen daarin, die fytotoxisch zijn, te extraheren.

Nog een oogmerk van de onderhavige uitvinding is het verschaffen van een preparaat om synergistisch de groei van planten te vergroten, indien daarop toegepast, waarbij het preparaat in hoofdzaak bestaat uit melamine, waaruit de fytotoxische verontreinigingen zijn verwijderd, tezamen met een vorm van 2.4-dichloorfenoxiazijnzuur (2.4-D) met gecontroleerde afgifte.

Deze en andere oogmerken worden bewerkstelligd door bepaalde, tot dusverre niet geïdentificeerde verontreinigingen uit technisch bereid melamine te verwijderen door het eenmaal of meermalen te herkristalliseren uit een waterige dispersie ervan. Het gewonnen melamine kan op de grond worden aangebracht als een bron van stikstof voor planten met langzame afgifte of gemengd worden met een vorm van 2.4-D met gecontroleerde afgifte, welk mengsel van melamine en 2.4-D met gecontroleerde afgifte synergistisch resulteert in een toegenomen plantegroei.

Het was totaal onverwacht, dat de herkristallisatie van technisch bereid melamine uit een waterige dispersie ervan het mogelijk zou malen melamine te gebruiken als een meststof. Gevonden werd, dat herkristallisatie van technisch bereid melamine, bepaalde, tot dusverre niet geïdentificeerde, in water oplosbare verontreinigingen, die fytotoxisch zijn in uiterst kleine hoeveelheden, verwijderd. Het was eveneens onverwacht, dat melamine, waaruit de fytotoxische verontreinigingen zijn verwijderd, tezamen met een vorm van 2.4-D met gecontroleerde afgifte, resulteerde in een toegenomen plantegroei ten opzichte van wat bereikbaar was met de toepassing van melamine afzonderlijk of toepassing van 2.4-D afzonderlijk.

8005085

Melamine wordt technisch in principe volgens twee methoden bereid: (1) verhitting van ureum onder druk tot temperaturen van 150°C of hoger voor het verkrijgen van uit 6 ringatomen bestaande triazineverbindingen, die drie stikstof- en drie koolstofatomen bevatten. De hydroxylgroepen gebonden aan de ringkoolstofatomen worden vervangen door aminogroepen wanneer de temperatuur en druk worden vergroot, resulterend in een reeks verbindingen, cyanuurzuur, ammelide, ammeline en melamine. In het geval van melamine worden alle hydroxylgroepen door aminogroepen vervangen.

10 Ter verwijdering van de fytotoxische verontreinigingen in technisch bereid melamine wordt een grote hoeveelheid melamine gewassen met water, gefiltreerd en wordt de moederloog tot droog ingedampt. Het residu wordt vervolgens herkristalliseerd tot de kristalopbrengst niet langer toxisch is. De moederlogen van elke her-
15 kristallisatie worden samengevoegd en tot droog ingedampt. Het verkregen vaste residu is zeer toxisch voor het plantenleven. De temperatuur van het voor de herkristallisatie gebruikte water is niet in het bijzonder kritisch. Het verkregen vaste kristallijne melamine, waaruit de fytotoxische verontreinigingen zijn verwijderd,
20 wordt met geschikte middelen gedroogd en voor gebruik verpakt. Een of meer herkristallisaties van melamine kunnen noodzakelijk zijn, afhankelijk van het produkt en de hoeveelheid verontreiniging, die daaruit moet worden verwijderd.

Het gezuiverde melamine kan als zodanig gebruikt worden door
25 het op het bodemoppervlak te brengen naast de te bemesten platen. Ten gevolge van de geringe oplosbaarheid breekt het melamine af om stikstof aan de grond af te geven met relatief langzame snelheden gedurende een lange tijdsperiode.

Eveneens werd gevonden, dat menging van een herbicide met
30 gecontroleerde afgifte, zoals een vorm van 2.4-D met gecontroleerde afgifte met melamine waaruit de fytotoxische verontreinigingen zijn verwijderd, resulteert in een groeiverbetering tot 100% groter dan de groei van planten, die onbehandeld zijn. De vorm van 2.4-D met gecontroleerde afgifte, die de voorkeur verdient, is
35 een grondig mengsel van 50 gew.% kraftlignine en 50 gew.% 2.4-D. De vorm van 2.4-D met gecontroleerde afgifte wordt bereid door gelijke gewichtsdelen Kraftlignine en 2.4-D grondig te mengen of te smelten en het verkregen mengsel te extruderen in korrel- of schilfervorm. Het herbicide met gecontroleerde afgifte en melamine
40 worden gemengd in een gewichtsverhouding van 1:10 tot 1:40 herbi-

- ° Melamine gezuiverd door de twee herkristallisaties uit water.
- * Aanzienlijk groter dan de onbehandelde controleproeven bij het 95% vertrouwensniveau.

8005085

STATISTISCHE EVALUATIE VAN DE HOOGTEGROEI VAN BOUGLIES
DENNEZAAILINGEN OP HET TERREIN RAYMOND

toege- past materiaal a	hoeveel- heid in g/ boom	beginhoogte zaai- lingen, cm	gemiddelde groei van zaailingen na 9 maanden, cm	hoogte na 9 maanden, cm
		reken- kundig gemid- delde	rekenkundig gemiddelde	rekenkundig gemiddelde
		standaard afwijking	standaard afwijking	standaard afwijking
onbehandelde controle	0	30	7	37
Melamine	100	34	11 *	45 *
Kraft lig- nien/ 2.4-D b	11,2	31	9	40 *
Melamine + Kraft lig- nien/2.4-D	100 11,2	31	14 * *	46 * *
Melamine + Kraft lig- nien/2.4-D	500 11,2	31	9	40 *

* Groei aanzienlijk groter dan de onbehandelde controleproeven bij het 95% vertrouwendniveau

** Groei aanzienlijk groter dan alle andere behandelingen bij het 97,5% vertrouwendniveau

a Behandeld oppervlak 1 M²

b Gecontroleerde afgiftevorm van 2.4-dichloorfenoxiazijnzuur met Kraft lignien.

Tabel C.

Statistische evaluatie van de diametergroei ^a van Douglas dennezaailingen op het terrein Raymond

toegepast materiaal	hoeveelheid g/ in boom	begindiameter van zaailingen, cm	standaard afwijking	gemiddelde diameter van zaailingen na 9 maanden, cm	rekenkundig gemiddelde	standaard afwijking	diameter na 9 maanden, cm	rekenkundig gemiddelde	standaard afwijking
onbehandelde controle	0	0,64	0,14	0,23	0,14	0,86	0,19		
Melamine	100	0,71	0,15	0,28*	0,22	0,98*	0,26		
Kraft lignien/2.4-D	11,2	0,63	0,14	0,32**	0,18	0,95*	0,22		
Melamine + Kraft lignien/2.4-D ^c	100 11,2	0,71	0,14	0,36**	0,16	1,07*	0,22		∞
Melamine + Kraft lignien/2.4-D	500 11,2	0,65	0,14	0,28*	0,16	0,94*	0,20		

^a Diameter genomen 2,5 cm boven de wortelkraag.

^b Behandeld oppervlak: 1 M²

^c Gecontroleerde afgiftevorm van 2.4-dichloorfenoxazyazijnzuur met Kraft lignien.

** Groei aanzienlijk groter dan de onbehandelde controleproeven bij het 99% vertrouwensniveau.

* Groei aanzienlijk groter dan de onbehandelde controleproeven bij het 95% vertrouwensniveau.

C O N C L U S I E S .

1. Werkwijze ter bereiding van melamine, dat niet fytotoxisch is, uit commercieel bereid melamine, m e t h e t k e n m e r k, dat men commercieel bereid melamine in aanraking brengt met water, een of meer herkristallisaties uitvoert en het herkristalliseerde
5 melamine wint.

2. Werkwijze ter bereiding van een meststof met een stikstofbron zonder fytotoxische effecten, m e t h e t k e n m e r k, dat men daarin een met toepassing van de werkwijze volgens conclusie 1 verkregen niet-fytotoxische melamine opneemt.

10 3. Werkwijze ter bereiding van een groeimiddel voor planten, m e t h e t k e n m e r k, dat men volgens de werkwijze van conclusie 1 bereid melamine mengt met een gecontroleerde afgiftevorm van 2.4-dichloorfenoxiazijnzuur, welke gecontroleerde afgiftevorm van 2.4-dichloorfenoxiazijnzuur een mengsel is van 50 gew.%
15 Kraft-lignine en 50 gew.% 2.4-dichloorfenoxiazijnzuur.

=====