



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

216 094 A

(21) A bejelentés ügyszáma: P 96 01555

(22) A bejelentés napja: 1996. 06. 06.

(30) Elsőbbségi adatok:

08/482,586 1995. 06. 07. US

(51) Int. Cl.⁶

A 01 N 25/28

A 01 N 33/18

A 01 N 37/22

A 01 N 57/02

A 01 N 53/00

(40) A közzététel napja: 1997. 05. 28.

(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1999. 04. 28.

(72) Feltalálók:

Benoff, Brian Eric, Hawthorne, New Jersey (US)
Dexter, Robin William, Yardley, Pennsylvania
(US)

(73) Szabadalmaz:

American Cyanamid Co., Wayne, New Jersey
(US)

(74) Képvisező:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54)

Peszticidtartalmú mikrokapszula-készítmények, előállításuk és alkalmazásuk

KIVONAT

A mikrokapszula-készítmények előállítása során

a) 5–30 tömeg% alkálifém-, alkáliföldfém- vagy ammóniumsót vagy ezek keverékét és egy emulgeálószer vagy több emulgeálószer keverékét tartalmazó vizes oldatot állítanak elő,

b) keverés közben az így kapott vizes oldatban egy első, reakcióképes falképző komponenst és egy sós vízzel nem elkeverhető peszticid anyagot tartalmazó sós vízzel nem keveredő oldatot diszpergálnak, és

c) keverés közben az előző b) pont szerint nyert diszperzióhoz egy második reakcióképes falképző anyagot adagolnak, amely az első reakcióképes falképző komponenssel reakcióba képes lépni, és így egy polikondenzátum burkolófalat alakítanak ki a sós vízzel nem elkeverhető peszticid anyag körül.

A találmány peszticidtartalmú mikrokapszula-készítmények előállítására, a mikrokapszula-készítményekre és ezek alkalmazására vonatkozik.

A mikrokapszula-készítmények határfelületi polimerizációval történő előállítása a szakterületen ismert (például US 3 577 515, US 4 280 833 és US 5 310 721 számú szabadalmi leírások). Ezen szabadalmi leírások szerint a mikrokapszula-készítményeket hasonlóképpen állítják elő oly módon, hogy különböző emulgeálószerkeket, egy első falképző komponenst, a kapszulázni kívánt anyagot és vizet tartalmazó emulziót egy kiegészítő második falképző komponenssel reagáltatnak.

A fenti szabadalmi leírásokban ismertetett eljárások közötti különbség az emulgeálószerkektől megválasztásában rejlik; az US 3 577 515 számú szabadalmi leírásban részlegesen hidrolizált poli(vinil-alkohol), zselatin és metil-cellulóz, az US 4 280 833 számú szabadalmi leírásban ligninszulfonátsók és az US 5 310 721 számú szabadalmi leírásban sztirol-maleinsavanhidrid kopolimeriek parciális észtersóinak alkalmazását ismertetik.

Bár ezek az eljárások alkalmasak bizonyos mikrokapszula-készítmények előállítására, továbbra is fennáll azonban az igény a szakterületen olyan eljárások iránt, amelyeknél különböző emulgeátorokat alkalmaznak olyan mikrokapszulák előállítására, amelyek nagy koncentrációban tartalmaznak nem könnyen kristályosodó hatóanyagokat.

A fentiek alapján a találmányunk célja eljárás biztosítása stabil mikrokapszulák előállítására, amelyek nem könnyen kristályosodó hatóanyagokat tartalmaznak nagy koncentrációban, és amelyek előállításához különböző emulgeálószerkeket alkalmazhatók.

A találmányunk célja továbbá mezőgazdasági célú mikrokapszula-készítmények biztosítása, amelyekből a hatóanyag gyorsan szabadul fel, és amelyek csökkent szennyezési (festési) jellemzőjűek.

A fentiek és más egyéb célok részletesebben kitűnnek a következő ismertetésből.

A fentiek alapján a találmányunk tárgya eljárás mikrokapszula-készítmények előállítására, amely eljárásnál a mikrokapszula kialakítása előtt sót vagy különböző sók keverékét alkalmazzuk.

Közelebbről, a találmány tárgya eljárás mikrokapszulák előállítására oly módon, hogy

a) vizes oldatot állítunk elő 5–30 tömeg% alkálifém-, alkáliföldfém- vagy ammóniumsóból vagy ezek keverékéből és egy emulgeálószerből vagy emulgeálószerkektől keverékéből;

b) a kapott vizes oldatban keveréssel diszpergálunk egy sós vízzel nem keverhető oldatot, amely az első reaktív falképző komponenst és egy sós vízzel nem keverhető peszticid hatóanyagot tartalmaz, és

c) a b) pont szerint nyert diszperzióhoz adagoljuk keverés közben a második reakcióképes falképző komponenst, amely az első, reakcióképes falképző komponenssel reakcióba képes lépni, és egy polikondenzátum burkolatot alakít ki a sós vízzel nem keverhető peszticid hatóanyag körül.

A találmány vonatkozik továbbá a mikrokapszula-készítmények peszticid szerként való alkalmazására, a

mikrokapszula-készítményeket tartalmazó peszticidkészítményekre, valamint a találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszulákra.

A fentiek alapján tehát a találmány tárgya eljárás mikrokapszula-készítmények előállítására, amelyek egy vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyagot tartalmaznak egy polikondenzátum burkolófalán belül egy vizes sóoldatban (sós vízben) szuszpendálva, oly módon, hogy egy sót vagy sók keverékét és egy emulgeálószer vagy emulgeálószerkektől keverékét tartalmazó vizes oldatot állítunk elő, e vizes oldatban keverés közben diszpergálunk egy sós vízzel nem keverhető oldatot, amely a burkolófal kialakítására egy első reakcióképes komponenst, továbbá egy sós vízzel nem keverhető peszticid hatóanyagot tartalmaz, majd keverés közben a kapott diszperzióhoz egy második reakcióképes anyagot adagolunk, amely szükséges a burkolófal kialakításához, és amely reakcióba lép az első reakcióképes komponenssel egy polikondenzátum burkolófal kialakítására a sós vízzel nem keverhető peszticid hatóanyag körül.

Meglepetésszerűen azt találtuk, hogy a találmány szerinti eljárással fizikailag és kémiaiilag stabil mikrokapszula-készítményt állíthatunk elő. A találmány szerinti mikrokapszula-készítmények stabilitását a készítmények előállításánál felhasznált só vagy sókeverék biztosítja. Ez a só vagy sókeverék csökkenti a kapszulázni kívánt peszticid hatóanyag vízben való oldhatóságát, így csökkenti a nem kapszulázott peszticid hatóanyag mennyiségét a találmány szerinti mikrokapszula-készítményben. A nem kapszulázott peszticid hatóanyag mennyiségének csökkentése a találmány szerinti készítményben igen kívánatos, mivel így nagymértékben csökken a kristálynövekedés lehetősége, ez sok esetben teljes mértékben eliminálható.

Előnyösen a találmány szerinti eljárással olyan mikrokapszula-készítményeket biztosítunk, amely nagy koncentrációban tartalmaz sós vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyagokat. A sók adagolása a mikrokapszulák kialakítása után, azaz az utóadagolás, ismert; a sók utóadagolása növeli a készítmények teljes térfogatát, ily módon csökkenti a sós vízzel nem keverhető anyagok koncentrációját a készítményben. Ismert továbbá, hogy bizonyos sók, különösen magnézium-sulfát és kalcium-klorid utóadagolása nem praktikus, mivel exoterm hidratációs reakció megy végbe, és ez szignifikáns mértékben csökkenti a mikrokapszula-készítmények fizikai és kémiai stabilitását. A találmány szerinti eljárás azonban lehetővé teszi a magnézium-sulfát és kalcium-klorid alkalmazását. A technika állása szerint nem ismert a só adagolása a mikrokapszulák kialakítása előtt, mint az a találmány szerinti eljárásnál történt.

A találmány szerinti eljárásnál alkalmazható sók közé tartoznak a következők: alkálifém-sók, így például lítium-klorid, nátrium-klorid, kálium-klorid, lítium-nitrát, nátrium-nitrát, kálium-nitrát, lítium-sulfát, nátrium-sulfát, kálium-sulfát, nátrium-monohidrogén-foszfát, kálium-monohidrogén-foszfát, nátrium-dihidrogén-foszfát, kálium-dihidrogén-foszfát stb.; alkáliföldfém-sók, így magnézium-klorid, kalcium-klorid, magnézium-nitrát, kalcium-

nitrát, magnézium-szulfát stb.; továbbá ammóniumsók, így például ammónium-klorid, ammónium-szulfát, ammónium-monohidrogén-foszfát, ammónium-dihidrogén-foszfát stb. Előnyösek a találmány szerinti eljárásnál a nátrium-klorid, kálium-klorid, kalcium-klorid és a magnézium-szulfát, különösen előnyös a magnézium-szulfát.

Meglepetésszerűen azt találtuk, hogy mikrokapszula-készítményeket állíthatunk elő az emulgeálószerke igen széles körével. Emulgeálószerként különösen például a következők alkalmazhatók: etoxilezett lignin-szulfonsavak, oxidált ligninek, ligninsók, sztirol-maleinsavanhidrid kopolimerek sói, sztirol-maleinsavanhidrid kopolimerek parciális észtereinek sói, poliakrilsavak parciális sói, poliakrilsav terpolimerek parciális sói és más hasonlóak. A fent említett emulgeálószerkeben előnyösek a nátrium-, kálium-, magnézium-, kalcium- és ammóniumsók, különösen előnyösek a nátrium- és magnéziumsók. Az előnyösen alkalmazható emulgeátorok például az etoxilezett ligninszulfonsavak, valamint az oxidált ligninek, különösen előnyösek az etoxilezett ligninszulfonsavak és egészen különösen előnyös az etoxilezett ligninszulfonsav nátriumsója.

A találmány szerinti vizes oldat előnyösen 5–30 tömeg%, különösen előnyösen 15–30 tömeg% sót vagy sók keverékét tartalmazza. Kevesebb, mint 5 tömeg% mennyiségű só esetében a találmány által biztosított előnyök kisebbek és nagyobb, mint 30 tömeg% só-mennyiségnél a túltelített oldat rizikója megnövekszik. A vizes oldat tartalmaz továbbá előnyösen 0,5–5 tömeg%, még előnyösebben 1–3 tömeg% emulgeátort vagy emulgeátorok keverékét.

Általában bármilyen sós vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyag, amelynek olvadáspontja 65 °C alatti érték vagy amely egy sós vízzel nem elkeverhető oldószerben oldható és kompatibilis az első reakcióképes falképző komponenssel, kapszulázható a találmány szerinti eljárással. Ennek megfelelően a találmány szerinti eljárással a peszticid hatóanyagok igen széles köre kapszulázható, mivel az anyag oldhatósága általában csökken a találmány szerinti eljárásnál alkalmazott sós vízben. A találmány szerinti megoldással olyan mikrokapszulákat állítunk elő, amelyek sós vízzel nem elkeverhető mezőgazdasági vegyületeket, így herbicideket, inszekticideket, akaricideket, nematicideket, fungicideket, növényi növekedésszabályozókat, safeneket, algicideket, molluszkicideket, penész elleni szereket, ektoparasziticideket és más hasonlókat tartalmaznak.

A találmány szerinti eljárás különösen alkalmas herbicid és inszekticid hatóanyagokat tartalmazó mikrokapszulák előállítására. A találmány szerinti eljárásnál különösen alkalmazható herbicid hatóanyagok közé tartoznak például a következők: dinitro-anilin-származékok, így pendimetalin és trifluralin, valamint a halogén-acetanilid-származékok, így például az alaklór, metolaklór és propaklór. A találmány szerinti eljárásnál különösen előnyösen alkalmazható inszekticid hatóanyagok közé tartoznak például a következők: foszforsav-észter-származékok, így például terbufosz, malation, klórpírifosz, diazinon és profenofosz, valamint a piret-

roid vegyületek, így például a cipermetrin, alfa-cipermetrin és permetrin.

A találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszulák előnyösen 5–60 tömeg%, még előnyösebben 20–50 tömeg% sós vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyagot tartalmaznak.

A sós vízzel nem elkeverhető oldatot úgy állítjuk elő, hogy az első reakcióképes falképző komponenst elkeverjük a sós vízzel nem keveredő hatóanyaggal annak olvadáspontja feletti hőmérsékleten. Eljárhatunk úgy is a sós vízzel nem elkeverhető oldat előállításánál, hogy az első reakcióképes falképző komponenst elkeverjük a sós vízzel nem elkeverhető hatóanyag oldatával, amelyet egy alkalmas, sós vízzel nem keveredő oldószerrel készítettünk.

A sós vízzel nem keveredő alkalmas oldószerke közé tartoznak azok az oldószerke, amelyek a találmány szerinti eljárásnál alkalmazott összetevők egyikével sem lépnek nemkívánatos reakcióba. Ilyen oldószerke például a sós vízzel nem keveredő szénhidrogének, aromás szénhidrogének, klórozott szénhidrogének, klórozott aromás szénhidrogének, ketonok, hosszú láncú észterek és ezek keverékei.

A találmány szerinti polikondenzátum burkolófal lehet bármilyen ismert burkolóanyag, előnyösen polikarbamid, poliuretán, poliamid, polikarbonát vagy polyszulfonamid, ezek közül előnyös a polikarbamid anyagú burkolat. A polikondenzátum burkolatot előállíthatjuk a szakterületen ismert reakcióképes komponensekből. Előnyösen a polikondenzátum burkolatot úgy állítjuk elő, hogy az első reakcióképes komponenst, amely lehet egy poliizocianát, poli(savklorid), poli(klór-hangyasav-észter) vagy poli(szulfonil-klorid), egy kiegészítő második reakcióképes komponenssel reagáltatjuk, amely lehet egy poliamin vagy poliol, és így alakítjuk ki a megfelelő polikondenzátum burkolatot. A találmány szerinti eljárás egy előnyös kiviteli formájánál egy poliizocianátot reagáltatunk egy poliaminnal, és így alakítjuk ki a polikarbamid burkolófalat.

Az alkalmazható poliizocianátok közé tartoznak például a di- és triizocianátok, amelyeknél az izocianát-csoport egy alifás vagy aromás csoporthoz kapcsolódik. Ilyen vegyületek például a következők: tetrametilén-diizocianát, pentametilén-diizocianát, hexametilén-diizocianát, toluol-diizocianát, difenil-metán-4,4'-diizocianát, polimetilén-polifenilén-izocianát, 2,4,4'-difenyliéter-triizocianát, 3,3'-dimetil-4,4'-difenyldiizocianát, 3,3'-dimetoxi-4,4'-difenyldiizocianát, 1,5-naftilén-diizocianát, 4,4',4''-trifenil-metán-triizocianát stb., előnyös a polimetilén-polifenilén-izocianát.

A találmány szerinti eljárásnál alkalmazható poliaminok közé tartoznak például a következők: etiléndiamin, propilén-1,3-diamin, tetrametiléndiamin, pentametiléndiamin, 1,6-hexametiléndiamin, dietilén-triamin, trietilén-tetramin, tetraetilén-pentamin, pentaetilén-hexamin, 4,9-dioxadodekán-1,12-diamin, 1,3-feniléndiamin, 2,4- és 2,6-toluiléndiamin, 4,4'-diaminodifenil-metán stb., előnyös az 1,6-hexametiléndiamin. A találmány szerinti eljárásnál a fenti poliaminok hidrokloridsóit is alkalmazhatjuk.

A találmány szerinti eljárással különböző vastagságú burkolófalat alakíthatunk ki. Általában a falvastagságot a mikrokapszula kívánt felhasználásának megfelelően választjuk meg. A sós vízzel nem keveredő oldat előnyösen 1–15 tömeg%, még előnyösebben 2–8 tömeg% első reakcióképes falképző komponenst tartalmaz. A második reakcióképes falképző komponens mennyisége előnyösen 0,3–5 tömeg%, még előnyösebben 0,6–3 tömeg% a sós vízzel nem keveredő oldat tömegére vonatkoztatva.

A találmány szerinti eljárást általában emelt hőmérsékleten végezzük a só oldhatóságának növelése érdekében, a sós vízzel nem elkeverhető anyag folyékony állapotban tartása érdekében, valamint a falképzési reakció sebességének növelése érdekében. A találmány szerinti eljárást előnyösen 35–85 °C, még előnyösebben 50–65 °C közötti hőmérsékleten végezzük. A találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszulák közepes átmérője 3–50 µm, előnyösen 5–15 µm között van.

A találmány vonatkozik továbbá a találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszulákra is. Előnyösen azt találtuk, hogy az eljárás során kis mennyiségű sós víz épülhet be a mikrokapszulákba. Ezen kis mennyiségű sós víz beépülésének egyik előnye, hogy a mikrokapszula tartalmának felszabadulási sebessége vízzel való hígításkor megnő. Ez a tulajdonság a találmány szerinti mikrokapszulákat különösen alkalmassá teszi mezőgazdasági felhasználásra, ahol a gyors felszabadulás kívánatos.

A találmány vonatkozik továbbá különböző kártevők, így gyomok, rovarok, atkák, gombák, nematódák stb. irtására szolgáló eljárásra is, amely során a kártevők előfordulási helyén a mikrokapszulába zárt peszticid hatásos mennyiségét adagoljuk, amely mikrokapszulázást a találmány szerinti eljárással végzünk. A találmány szerinti eljárás különösen vonatkozik nemkívánatos növényfajták irtására, amelynél a növény levéletére vagy a talajra vagy a magokat vagy más szaporítóanyagot tartalmazó vízhez a találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszulákba zárt herbicid hatóanyagot adagoljuk hatásos mennyiségben.

A találmány vonatkozik továbbá a peszticidkészítményekre is, amelyek mezőgazdaságilag elfogadható inert, szilárd vagy folyékony hordozóanyagot és a találmány szerinti eljárással mikrokapszulázott peszticid hatású anyag hatásos mennyiségét tartalmazzák. A találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszula-készítményeket előnyösen közvetlenül alkalmazzuk peszticid készítményként, és azokat vízzel hígítjuk felhasználás előtt. Eljárhatunk úgy is, hogy további alkotókat, így például ülepedésgátló anyagokat, sókat, habzágátlót, felületaktív anyagokat, pH-beállító szereket, fagyásgátló anyagokat és más hasonlókat adagolunk a találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszula-készítményekhez, és így koncentrált peszticid hatású mikrokapszula-készítményeket állítunk elő. A találmány szerinti megoldással különösen olyan koncentrált herbicid hatású mikrokapszula-készítményeket állítunk elő, amelyek 90–99 tömeg%, előnyösen 95–99 tö-

meg% mikrokapszula-készítményt tartalmaznak, amelyben a sós vízzel nem elkeverhető anyag egy herbicid, ezen készítmények még továbbá 1–10 tömeg%, előnyösen 1–5 tömeg% vizes oldatot tartalmaznak, amelyek 1–5 tömeg% ülepedésgátló szert és legfeljebb 0,5 tömeg% habzágátló anyagot is tartalmaznak.

Kívánt esetben a mikrokapszulákat elválaszthatjuk a találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszula-készítményektől ismert módon, például szűréssel, és így tárolásra stabil, folyékony poranyagot nyerünk.

Az egyik probléma bizonyos herbicidkészítmények felhasználása során az, hogy azok esetében a nem megcélzott területek szennyeződése is bekövetkezhet. Ez a szennyeződés különösen problémás akkor, ha bizonyos fű és gyepek herbicidkészítményeket alkalmazunk, mivel a nem megcélzott területek, így például a vágányok vagy beton könnyen elszennyeződhet. Különösen bizonyos dinitro-anilin herbicidek, így például a pendimetalin okoz nem kívánatos szennyeződést. Előnyösen azt találtuk, hogy a kereskedelmi forgalomban beszerezhető herbicidkészítményekkel, így például a pendimetalinnal kapcsolatos szennyezési, színeződési problémák jelentős mértékben csökkenthetők, ha nem teljesen kiküszöbölhetők, ha a herbicidet a találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszulák formájában adagoljuk.

A találmány további jobb megértése érdekében példákat mutatunk be, ezek azonban elsődlegesen az illusztrációt és semmiképpen sem a korlátozást célozzák.

1. példa

Mikrokapszula készítmények előállítása

35 g nátrium-kloridot, 4,25 g CYPRES®48-at és 150 g vizet tartalmazó keveréket 60 °C-ra melegítünk, és addig keverjük, amíg egy vizes oldatot nyerünk. Ezután keverés közben a vizes oldathoz adagoljuk a sós vízzel nem keveredő oldatot [ezt előzőleg 140 g pendimetalin és 1,73 g MONDUR®MRS (4,4'-difenil-diizocianát polimer, gyártó cég: Mobay Corp., Pittsburg, PA, US) elkeverésével és melegítésével állítottuk elő], és keverés közben 60 °C hőmérsékleten emulziót alakítunk ki. Ezután a keverő sebességét lecsökkentjük, és hozzáadagolunk 0,6 g 1,6-hexametilén-diamint (HMDA) 5,6 g vízben, és a kapott keveréket további 2 órán át keverjük, így nyerjük a II. táblázatban összefoglalt 1 számú mikrokapszula-készítményt.

Lényegében a fentiek szerint eljárva, de az I. táblázat szerinti összetevőket alkalmazva a II. táblázatban összefoglalt 2–40 számú készítményeket állítjuk elő. Ha további összetevőket is alkalmazunk, azokat a vizes oldathoz adagoljuk a sós vízzel nem elkeverhető oldat adagolását megelőzően.

I. táblázat

Herbicidek

- a) pendimetalin
- b) trifluralin
- Sók
- c) nátrium-klorid
- d) kalcium-klorid

- e) kálium-klorid
f) magnézium-szulfát
g) nátrium-szulfát

Emulgeálószer

- h) CYPRES®48, maleinsavanhidrid nátriumsója, gyártó: Cytech Industries Inc., West Patterson, NJ (US) 5
i) REAX®88B, ligninszulfonsav nátriumsója, gyártó: Westvaco, Charleston Heights, SC (US)
j) INDULIN®C, lignin-nátriumsó, gyártó: Westvaco, Charleston Heights, SC (US) 10
k) REAX®825E, etoxilezett ligninszulfonsav-nátriumsó, 1,2 mol etoxitartalom, gyártó: Westvaco, Charleston Heights, SC (US)
l) REAX®825E, etoxilezett ligninszulfonsav-nátriumsó, 2,4 mol etoxitartalommal, gyártó: Westvaco, Charleston Heights, SC (US) 15
m) REAX®825E, etoxilezett ligninszulfonsav-nátriumsó, 3,6 mol etoxitartalommal, gyártó: Westvaco, Charleston Heights, SC (US) 20
n) LIGNOTECH®, oxidált Kraft lignin-nátriumsó, gyártó: Lignotech (US), Rotschild, WI

- o) XSMA®15000, 1,5:1 sztirol/maleinsavanhidrid kopolimer, gyártó: Atochem Inc., Malvern, PA (US)
p) XSMA®1000, 1:1 sztirol/maleinsavanhidrid kopolimer, gyártó: Atochem Inc., Malvern, PA (US)
q) GOODRITE®K-732, nátrium poliakrilát és poliakrilsav keveréke, gyártó: Goodrich Co., Brecksville, OH (US)
r) GOODRITE®K-798, részlegesen semlegesített akrilsav terpolimer, gyártó: Goodrich Co., Brecksville, OH (US)
s) SMA®3000A, 10 t%-os oldat, előállítása 338 g víz, 40 g SMA®3000A [sztirol/maleinsavanhidrid polimer, gyártó: Atochem Inc., Malvern, PA (US)] és 29,8 g 50 t%-os nátrium-hidroxid-oldat alkalmazásával
További összetevők
t) THIND®30, szilikon habzágatló, gyártó: Harcros Chemicals Inc., Kansas City, KS (US)
u) 10 t%-os sósavoldat
v) 50 t%-os nátrium-hidroxid-oldat

II. táblázat
Mikrokapszula készítmények

Készítmény száma	Összetevők/tömeg%						
	Herbicide	Só	Emulgeálószer	MONDUR® MRS	HMDA	Víz	Egyéb
1	a/41,52	c/10,38	h/1,26	0,51	0,18	46,15	–
2	a/41,52	c/10,38	i/1,26	0,51	0,18	46,15	–
3	a/39,09	c/15,63	h/1,19	0,48	0,17	43,44	–
4	a/39,09	c/15,63	i/1,19	0,48	0,17	43,44	–
5	a/41,52	c/10,38	j/1,26	0,51	0,18	46,15	–
6	a/39,09	c/15,63	j/1,19	0,48	0,17	43,44	–
7	a/41,52	c/10,38	k/1,26	0,51	0,18	46,15	–
8	a/41,52	c/10,38	l/1,26	0,51	0,18	46,15	–
9	a/41,52	c/10,38	m/1,26	0,51	0,18	46,15	–
10	a/41,52	c/10,38	n/1,26	0,51	0,18	46,15	–
11	a/41,52	c/10,38	o/1,26	0,51	0,18	46,15	–
12	a/41,52	c/10,38	p/1,26	0,51	0,18	46,15	–
13	a/41,52	c/10,38	q/1,26	0,51	0,18	46,15	–
14	a/39,09	d/15,63	m/1,19	0,48	0,17	43,44	–
15	a/40,33	d/12,96	m/1,22	0,50	0,17	44,82	–
16	a/41,32	c/10,33	i/1,26	0,51	0,18	45,75	u/0,64
17	a/39,54	e/14,12	i/1,21	0,49	0,17	43,78	u/0,69
18	a/47,33	d/8,79	h/1,30	0,70	0,24	41,58	t/0,06
19	a/47,35	d/8,80	h/1,30	0,85	0,29	41,35	t/0,06
20	a/40,77	f/9,72	m/1,08	1,48	0,51	46,39	t/0,06
21	a/49,04	f/8,36	m/0,93	1,27	0,44	39,91	t/0,05
22	a/40,21	c/10,05	q/1,29	0,50	0,17	44,69	u/2,11 v/0,98

II. táblázat (folytatás)

Készítmény száma	Összetevők/tömeg%						
	Herbicide	Só	Emulgeálószer	MONDUR® MRS	HMDA	Víz	Egyéb
23	a/41,23	c/10,31	r/1,33	0,51	0,18	45,83	u/0,20 v/0,42
24	a/47,50	d/12,26	s/3,68	0,74	0,26	35,50	t/0,06
25	a/46,91	d/11,94	h/0,33	0,74	0,26	39,78	t/0,05
26	a/48,48	g/8,98	h/0,34	0,76	0,26	41,12	t/0,06
27	a/48,21	c/9,49	h/0,34	0,76	0,26	40,89	t/0,06
28	a/46,55	f/11,85	i/1,08	0,73	0,25	39,48	t/0,05
29	a/46,55	d/11,85	i/1,08	0,73	0,25	39,48	t/0,05
30	a/48,11	g/8,91	i/1,11	0,76	0,26	40,80	t/0,06
31	a/47,84	c/9,41	i/1,11	0,75	0,26	40,57	t/0,06
32	b/35,57	c/11,32	i/1,38	0,43	0,15	50,27	u/0,88
33	b/41,16	c/10,29	i/1,26	0,51	0,18	45,74	u/0,87
34	a/44,40	f/8,63	m/0,99	2,79	0,97	42,15	t/0,06
35	a/44,42	f/8,48	m/0,99	3,50	1,22	41,38	t/0,01
36	a/44,42	f/9,85	m/0,99	2,22	0,78	41,73	t/0,01
37	a/47,24	c/9,29	i/1,09	1,49	0,51	40,32	t/0,05
38	a/46,65	c/9,18	i/1,08	2,20	0,76	40,07	t/0,05
39	a/45,98	f/11,71	i/1,06	1,45	0,50	39,24	t/0,05
40	a/45,43	f/11,57	i/1,05	2,15	0,74	39,02	t/0,05

2. példa

Koncentrált mikrokapszula-készítmények előállítás

21 g nátrium-kloridot és 12 g 2%-os KELZAN®S-oldatot (xantángumi, ülepedésgátló szer, gyártó cég: Kelco, San Diego, CA, USA) elkeverünk 337,2 g 1. példa szerinti 1 számú készítménnyel, így nyerjük a koncentrált mikrokapszula-készítményt, amely a III. táblázatban a 41 számú készítménynek felel meg.

Lényegében a fentiek szerint eljárva, de más 1. példa szerinti mikrokapszula-készítményt alkalmazva és a KELZAN®S-oldatot önmagában vagy további sókkal kombinációban adagolva állítjuk elő a III. táblázatban összefoglalt 42–48 számú koncentrált mikrokapszula-készítményeket.

40

III. táblázat

Koncentrált mikrokapszula-készítmények

Készítmény száma	Összetevők/tömeg%							
	Herbicide	Só	Emulgeálószer	MONDUR® MRS	HMDA	Víz	KELZAN®S	Egyéb
41	a/37,82	c/15,13	h/1,15	0,47	0,16	45,21	0,06	–
42	a/37,82	c/15,13	i/1,15	0,47	0,16	45,21	0,06	–
43	a/37,82	c/15,13	j/1,15	0,47	0,16	45,21	0,06	–
44	a/43,75	f/8,50	m/0,98	2,75	0,96	42,98	0,03	t/0,06
45	a/43,78	f/8,36	m/0,98	3,45	1,20	42,20	0,03	t/0,01
46	a/44,74	c/10,36	i/1,04	0,70	0,24	42,80	0,06	t/0,05
47	a/44,22	c/10,24	i/1,02	1,39	0,48	41,10	0,06	t/0,05
48	a/43,70	c/10,12	i/1,01	2,06	0,71	40,86	0,06	t/0,05

3. példa

A mikrokapszula-készítmények szennyezési tulajdonságainak értékelése

Ebben a példában bemutatjuk, hogy a találmány szerint előállított, pendimetalint tartalmazó mikrokapszula-készítmények sokkal kevésbé szennyezőek összehasonlítva a PROWL®3.3EC kereskedelmi forgalomban beszerezhető pendimentaltartalmú emulgeálható koncentrátummal (gyártó cég: American Cyanamid Co., Wayne, NJ, US). A vizsgálatnál 3 csepp vizsgálandó készítményt helyeztünk egy poli(vinil-klorid)-szalagra (SCOTCH® szalag, 2-0300, 3M széria, St. Paul, MN, US), és hagytuk megszáradni. Szobahőmérsékleten 1 órai állás után a szalagon lévő maradékot vízzel leöblítettük. A szalagon visszamaradó foltot ezután vizuálisan értékeltük egy 0–10 közötti lineáris skála szerint, ahol 0 jelenti azt, hogy nincs szennyeződés és 10 jelenti a 100%-ot, amely egy sötét, sárga foltnak felel meg, amit a PROWL®3.3EC okoz. A kapott eredményeket a IV. táblázatban foglaljuk össze. A IV. táblázatban megadott készítményszámok azonosak a II. táblázat számozásával.

Mint az a IV. táblázatból kitűnik, a találmány szerinti mikrokapszula-készítmények szignifikáns mértékben kisebb szennyeződést okoznak, mint a PROWL®3.3EC készítmény.

IV. táblázat
Szennyeződés kiértékelése

Készítmény száma	Pontérték
25	<1
26	5–6
27	<1
28	1
29	1
30	5
31	2
37	1
38	<1
39	0
40	0
PROWL®3.3EC	10

4. példa

Kristálynövekedés értékelése

A példa szerinti vizsgálatokkal kimutatjuk, hogy a kristálynövekedés szignifikáns mértékben csökken, ha egy sötét vagy egy sókeveréket alkalmazunk a találmány szerinti mikrokapszula-előállítási eljárásnál. A következő vizsgálatnál a megfelelő mikrokapszula-készítmény mintáit (körülbelül 30 g) egy üvegedénybe öntjük, és az edényt egy vizsgálókamrába helyezzük. A mintát ezután 0–40 °C hőmérsékletű hőmérsékletciklusoknak vetjük alá, mindegyik ciklus 24 óráig tart. Néhány hét elteltével a mintákat eltávolítjuk, és kiértékeljük optikai mikroszkóp segítségével a kristálynövekedést. A kapott

eredményeket az V. táblázatban foglaljuk össze. Az V. táblázatban megadott készítményszámok megfelelnek a II. táblázat számozásával. A kontrollkészítményt az 1. példa szerinti eljárással állítottuk elő, kivéve, hogy nem alkalmaztunk sót.

Kontrollkészítmény

Összetevők	tömeg%
Pendimetalin	45,86
REAX®88B	1,40
MONDUR®MRS	0,57
HMDA	0,29
10 t%-os sósav	0,81
víz	51,07

V. táblázat

Készítmény száma	Ciklusidő (hét)	Megfigyelt kristálynövekedés
16	3	néhány kisebb kristály
28	9	nincs kristály
39	9	nincs kristály
40	9	nincs kristály
Kontroll	3	igen sok nagy kristály

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás mikrokapszula-készítmény előállítására, *azzal jellemezve*, hogy

a) 5–30 tömeg% alkálifém-, alkáliföldfém- vagy ammóniumsót, vagy ezek keverékét és egy emulgeálószer vagy több emulgeálószer keverékét tartalmazó vi-

zes oldatot állítunk elő,
b) keverés közben az így kapott vizes oldatban egy első, reakcióképes falképző komponenst és egy sós vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyagot tartalmazó, sós vízzel nem keveredő oldatot diszpergálunk, és

c) keverés közben a b) pont szerint nyert diszperzióhoz egy második reakcióképes falképző anyagot adagolunk, amely az első reakcióképes falképző komponenssel reakcióba képes lépni, és így egy polikondenzátum burkolófalat alakítunk ki a sós vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyag körül.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy sóként valamely következő sötét alkalmazunk: lítium-klorid, nátrium-klorid, kálium-klorid, ammónium-klorid, magnézium-klorid, kalcium-klorid, lítium-nitrát, nátrium-nitrát, kálium-nitrát, magnézium-nitrát, kalcium-nitrát, lítium-szulfát, nátrium-szulfát, kálium-szulfát, ammónium-szulfát, magnézium-szulfát, nátrium-monohidrogén-foszfát, kálium-monohidrogén-foszfát, ammónium-monohidrogén-foszfát, nátrium-dihidrogén-foszfát, kálium-dihidrogén-foszfát vagy ammónium-dihidrogén-foszfát.

3. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a vizes oldatban 15–30 tömeg% sötét vagy sókeveréket alkalmazunk.

4. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy sós vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyagként egy herbicidet vagy egy inszekticidet alkalmazunk.

5. A 4. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy herbicidként dinitro-anilin-származékot, előnyösen pendimetalint vagy trifluralint, vagy acetanilid-származékot, előnyösen alaklórt vagy metolaklórt, és inszekticidként foszforsav-észter-származékot, előnyösen terbufoszt, malationt vagy klórpirifoszt vagy piretroidot, előnyösen cipermetrint, alfa-cipermetrint vagy permetrint alkalmazunk.

6. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a vizes oldatban 0,5–5 tömeg% emulgeálószer vagy emulgeálószer-keveréket alkalmazunk.

7. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy polikondenzátumként polikarbamidot, poliuretánt, poliamidot, polikarbonátot vagy poliszulfonamidot alkalmazunk.

5 8. Mikrokapszula készítmény, amely egy sós vízzel nem elkeverhető peszticid hatóanyagot tartalmaz a polikondenzátum burkolófalon belül, és amelyet az 1. példa szerinti eljárással állítunk elő.

10 9. Peszticidkészítmény, amely mezőgazdaságilag elfogadható hordozóanyagot és 90–99 tömeg% 1. igénypont szerinti eljárással előállított mikrokapszula-készítményt tartalmaz.