

(19) Országkód:

**HU**



**MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁG  
ORSZÁGOS  
TALÁLMÁNYI  
HIVATAL**

# SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

**204 395 B**

(21) A bejelentés száma: 1080/88  
(22) A bejelentés napja: 1988. 03. 04.  
(30) Elsőbbségi adatok:  
00849/87 1987. 03. 06. CH

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

**A 01 N 25/28**  
A 01 N 37/22  
A 01 N 37/18

(40) A közzététel napja: 1989. 07. 28.  
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi  
Közlönyben: 1992. 01. 28. SZKV 92/01

(72) Feltalálók:

dr. Hässlin, Hans Walter, Grenzach-Wyhlen (DE)  
dr. Iwanzik, Wolfgang Paul, Sisseln (CH)

(73) Szabadalmaz:

Ciba-Geigy Ag., Bazel (CH)

(54) **Hatóanyagként N-klór-acetil-ciklohexén-amint tartalmazó  
mikrokapszulázott herbicid készítmények, és eljárás  
ezek előállítására**

(57) KIVONAT

A találmány tárgya vizes szuszpenzió formájú herbicid készítmények, és eljárás ezek előállítására.

A találmány lényege, hogy a mikrokapszulák vizes szuszpenziója, mely mikrokapszulák polikarbamid kapszula falból állnak, és herbicid hatású (I) vagy (II) és (II) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexán-amin-származékot tartalmaznak, ahol az (I) általános képletben

R 1-6 szénatomos alkilcsoport,

R<sub>1</sub> hidrogénatom, és

R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> és R<sub>4</sub> egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport,

és a (II) általános képletben

R<sub>5</sub> metilcsoport,

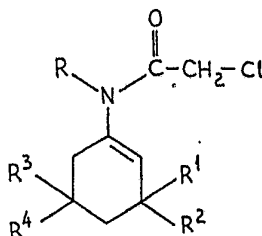
R<sub>6</sub> etilcsoport és

R<sub>7</sub> jelentése 2-(1-4 szénatomos alkoxi)-1-metil-etil-csoport,

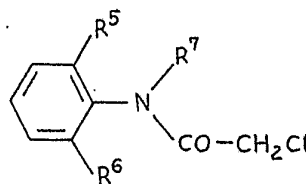
a polikarbamid fal mennyisége pedig 5-30 tömeg%, a kapszulázott anyag tömegére számítva.

Amennyiben az (I) és (II) általános képletű vegyületek keverékét alkalmazzák, ezek tömegaránya (I) : (II) = 2:1-1:2.

A találmány kiterjed a fenti készítmények előállítására is.



(I)



(II)

A leírás terjedelme: 19 oldal (ezen belül 5 lap ábra)

**HU 204 395 B**

A találmány tárgya vizes szuszpenzió formájú herbicid készítmény, mely herbicid hatású N-klór-acetil-ciklohexén-amin vagy herbicid hatású N-klór-acetil-ciklohexén-amin és herbicid hatású klór-acetanilid elegyét tartalmazó mikrokapszulákat tartalmaz, és eljárás ezek előállítására.

A herbicid hatású N-klór-acetil-ciklohexén-amidokat ismerteti a 4 351 667 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás, valamint a 0 113 030 számú európai nyilvánossághozatali irat. Hagyományos készítményekben, például emulzió-koncentrátumokban ezen vegyületek igen jó kezdeti aktivitást mutatnak, azonban hosszan tartó hatásuk nem kielégítő.

Herbicid hatású halogén-acetanilideket ismertet R. Wegler, *Chemie der Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmittel*, 8. kötet, Springer Verlag, Heidelberg-New York (1982), 90-93. és 322-327. oldala.

Ezen vegyületek jól ismert képviselője például az N-klór-acetil-N-(2-metoxi-1-metil-etil)-2-etil-6-metil-anilin (Metolachlor) és N-klór-acetil-N-metoximetil-2,6-dietil-anilin (Alachlor).

Ismeretes, hogy bizonyos mezőgazdasági vegyszerek hatástartama javítható különböző speciális formálási módszerekkel. Így például a hatóanyag porózus hordozóanyagra adszorbeálható, mely aztán az aktív vegyületet lassan adja le. Ugyancsak ismeretes hatóanyagoknak mikrokapszulákba történő zárása, ahol a kapszula fala valamely polimer anyag, például polikarbamid. Ezekből a mikrokapszulákból a hatóanyag leadása lassan történik, a kapszula falán keresztüli diffúzióval. A megfelelő leadási sebességet a kapszula falának vastagsága és a megfelelő falat alkotó anyag megválasztásával állítható be. Ez a mikrokapszulázási technika általában alkalmas arra, hogy a hatóanyag hosszantartó leadását, ezáltal aktivitását biztosítsa. Azonban az általános gyakorlatban jelentős, és sokszor igen nagymértékű kezdeti aktivitás-csökkenéssel kell számolni. Ez különösen fennáll halogén-acetanilid esetében, amennyiben azokat polikarbamid fallal rendelkező mikrokapszulákba kapszulázzák. Ilyen esetben igen gyenge kezdeti aktivitások lépnek fel.

A találmány célkitűzése olyan, herbicid hatású N-klór-acetil-ciklohexén-amidokat tartalmazó herbicid készítmények létrehozása, mely megfelelő kezdeti és egyben hosszantartó aktivitást biztosít.

Úgy találtuk, hogy polikarbamid kapszula fallal rendelkező mikrokapszulázott N-klór-acetil-ciklohexén-aminok megfelelő kezdeti aktivitást és hosszan elnyújtott aktivitást mutatnak, mely felülmúlja a más, herbicid hatású N-klór-acetil-ciklohexén-aminokat tartalmazó készítmények, például emulzió-koncentrátumok és nedvesíthető porok aktivitását.

A találmány tárgya herbicid készítmény, mely mikrokapszulák vizes szuszpenziója, ahol a mikrokapszulák fala polikarbamid, és a kapszulázott hatóanyag (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin származék. Az (I) általános képletben

R 1-6 szénatomos alkilcsoport,

R<sub>1</sub> hidrogénatom és

R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> és R<sup>4</sup> egymástól függetlenül 1-4 szénatomos

alkilcsoport.

Előnyösek azok az N-klór-acetil-ciklohexén-aminok, melyeknek (I) általános képletében

R 1-4 szénatomos alkilcsoport, és

5 R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> és R<sup>4</sup> egymástól függetlenül metilcsoport.

Ha a ciklohexéngyűrű 3- és 5-helyzetében álló két szubsztituenspár egymástól eltérő, akkor az (I) általános képletű vegyület az A-reakcióváázat szerint egyensúlyban áll.

10 A találmány szerint az (I) általános képletű vegyületek körébe tartoznak mind az (I), mind az (I') általános képletű vegyületek, valamint valamennyi, az R, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> és R<sup>4</sup> szubsztituensek természetéből adódó egyéb izomerek.

15 A fenti definícióban az 1-4 szénatomos alkilcsoport metil-, etil-, n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, szek-butil-, vagy terc-butil-csoport, valamint valamennyi izomerje.

20 A vizes mikrokapszula szuszpenziók, melyekben a kapszula polikarbamid falú és folyékony, vízben oldhatatlan vagy gyengén oldódó anyagot zár magába, önmagukban ismert módszerekkel állíthatók elő oly módon, hogy a kapszulázandó folyékony anyagban

25 poliiizocianátot oldunk, az így kapott oldatot vízben diszpergáljuk, majd a diszperziót vizes poliamin-oldattal reagáltatjuk. Ezen eljárás során a kapszula fala diszpergált vagy szerves fázisban oldott poliiizocianát, és a folyamatos vizes fázisban jelenlevő poliamin kö-

30 zötti reakcióval alakul ki. A poliiizocianátnak a kapszulázandó anyagban készített oldatának vízben történő diszpergálását általában egy vagy több diszpergálószer jelenlétében végezzük. Ilyen diszpergálószer

35 például a poli(vinil-alkohol)-ok, zselatinok és metilcellulózok (lásd a 3 577 515 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírást), ligninszulfonátok (lásd a 4 280 833 és 4 417 916 számú amerikai egye-

40 sült államokbeli szabadalmi leírásokat), vagy diszpergálószer kombinációja, például egy anionos diszpergálószer, például egy polisztirol-szulfonát, egy polivinil-szulfonát, egy naftalinszulfonsav-fenolszulfon-

45 sav-kondenzátum só, és formaldehid és egy nemionos diszpergálószer, például poli(vinil-alkohol), poli(vinilmetil-éter), poli(vinil-pirrolidon), hidroxil-etil-cellulóz, hidroxil-propil-cellulóz, metil-cellulóz, alkil-polietil-

50 lén-glikol-éter, alkil-fenol-poli(glikol-éter), sztirol-fenol-poli(glikol-éter), poli(etilén-oxid) és poli(etilén-oxid)-polipropilén-oxid tömbpolimer (lásd a 776 080 számú, 1985. szeptember 13-án bejelentett amerikai

55 egyesült államokbeli szabadalmi bejelentést, vagy a megfelelő EP-A-0 214 936 számú európai nyilvánosságra-hozatali iratot) kombinációja.

A fenti irodalmi hivatkozásokban leírt eljárások nem korlátozódnak a folyékony anyagok kapszulázására. Szilárd anyagok ugyancsak kapszulázhatók, megfelelő vízzel elegyedő oldószerrel alkotott oldatokként.

60 A találmány szerinti vizes mikrokapszula-szuszenziókat az előzőekben említett irodalmi hivatkozásokban leírtak szerint állítjuk elő. A szilárd N-klór-

acetil-ciklohexén-aminokat előnyösen vízzel elegyedő oldószerrel alkotott oldataikként kapszulázzuk. Sok esetben a kapszula fal előállítására szolgáló egyik reagensként alkalmazott poliizocianát oldószerként is alkalmazható, mely a szilárd N-klór-acetil-ciklohexén-aminnal folyadékot alkot, mely vízben diszpergálható, majd ilyen formában reagáltatható a poliaminnal. Előnyösen azonban célszerű egy további, vízzel nem elegyedő oldószer, például alifás vagy aromás szénhidrogén, ciklusos keton vagy halogénezett szénhidrogén alkalmazása.

Ilyen célra alkalmazható oldószeres például a következők: hexán, ciklohexán, benzol, toluol, xilol, ásványi olaj, kerozin, ciklohexanon, metilén-klorid, kloroform, klór-benzol és o-diklór-benzol. Ugyancsak alkalmazhatók a SHELLSOL néven forgalomba hozott mono- és polialkilezett, aromás folyadékok elegyei is. Ezen oldószeres alkalmazása ugyancsak előnyösen olyan esetekben, amikor a poliizocianát a kapszulázandó anyagban oldhatatlan, vagy csak gyengén oldható. Ezenkívül a vízzel nem elegyedő oldószer alkalmazása befolyásolhatja a herbicid leadási sebességét, és az oldószer egyben fagyásgátlóként is szolgálhat. Általában 0,25–0,75 tömegrész oldószer alkalmazhatunk egy tömegrész (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-aminra számítva.

Ugyanakkor a fenti előnyöktől eltekintve, a további oldószer alkalmazásának bizonyos hátránya is lehet, mivel a további oldószer, mely a hatóanyaggal együtt kapszulázódik, csökkenti az adott méretű kapszulába kapszulázható hatóanyag mennyiségét. Úgy találtuk, hogy az (I) általános képletű szilárd N-klór-acetil-ciklohexén-aminok kapszulázásánál alkalmazott oldószer teljesen vagy részben helyettesíthető egy herbicid hatású halogén-acetaniliddel.

Ennek megfelelően, ugyancsak a találmány tárgya olyan herbicid készítmény, mely mikrokapszulák literenként 100–700 g mikrokapszulát tartalmazó vizes szuszpenziója, ahol a kapszula polikarbamid fallal rendelkezik, és abba (I) általános képletű herbicid hatású N-klór-acetil-ciklohexén-amin, ahol

R 1–4 szénatomos alkilcsoport,

R<sup>1</sup> jelentése hidrogénatom és

R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> és R<sup>4</sup> egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport, és

(II) általános képletű herbicid hatású klór-acetanilid, ahol

R<sup>5</sup> metilcsoport,

R<sup>6</sup> etilcsoport, és

R<sup>7</sup> 2-(1–4 szénatomos alkoxi)-1-metil-etil-csoport, van kapszulázva, és az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és a (II) általános képletű klór-acetanilid tömegaránya 2:1 és 1:2 közötti.

Előnyösen az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és a (II) általános képletű N-klór-acetanilid tömegaránya 1:1. Alkalmas (II) általános képletű klór-acetanilid-származékok például a következők:

N-klór-acetil-N-etoxi-metil-2-etil-6-metil-anilin,

N-klór-acetil-N-metoxi-metil-2,6-dietil-anilin

(Alachlor),

N-klór-acetil-N-(2-metoxi-1-metil-etil)-2-etil-6-metil-anilin (Methachlor).

Előnyösek azok a (II) általános képletű klór-acetanilidek, melyek az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-aminnal összekeverve folyékony elegyet alkotnak. Különösen előnyösek azok a (II) általános képletű klór-acetanilidek, melyek normál hőmérsékleten folyékonyak. Legelőnyösebb ilyen jellegű vegyület a Metolachlor. A (II) általános képletű klór-acetanilidek alkalmazásával, melyek az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-aminokkal alaposan összekeverve folyadékot alkotnak, vagy melyek önmagukban folyékonyak, további oldószer alkalmazása nem szükséges. Más, olyan (II) általános képletű klór-acetanilidek alkalmazásával, melyek önmagukban szilárdak, az oldószer mennyisége jelentősen csökkenthető. Ilyen módon lehetővé válik olyan mikrokapszulák előállítása, melyek emelt mennyiségben tartalmazzák a hatóanyagot.

A találmány szerinti előnyös herbicid készítmények mikrokapszulák vizes szuszpenziói, melyek fala polikarbamid, és melyek kapszulázva az N-izopropil-N-klór-acetil-3,5,5(3)-trimetil-ciklohex-1-én-amin (Trimexachlor) és N-klór-acetil-N-(2-metoxi-1-metil-etil)-2-etil-6-metil-anilin (Metolachlor) elegyét tartalmazzák.

A találmány szerinti vizes kapszula-szuszenziókat úgy állítjuk elő, hogy

a) vizes fázisban egy olyan elegyet, amely a<sub>1</sub> 0,1–0,6 tömegrész (I) általános képletű vegyületből,

a<sub>2</sub>) 0,02–0,2 tömegrész difenil-(1–4 szénatomos)-alkán-diizocianátból,

a<sub>3</sub>) adott esetben 0,25–0,4 mólekvalens a<sub>2</sub>-re vonatkoztatott 7–13 szénatomos alkil-dikarbonsav dikloridjából és

a<sub>4</sub>) adott esetben 0,1–0,25 tömegrész vízzel nem elegyedő oldószerből álló elegyet

a<sub>5</sub>) 0,01–0,1 tömegrész anionos diszpergálószer és/vagy nemionos felületaktív szer jelenlétében diszpergálunk, és az így kapott diszperziót

b<sub>1</sub>) poliizocianát részleges hidrolízisével és/vagy

b<sub>2</sub>) 0,5–2,0 tömegrész (III) általános képletű poliamin, ahol n értéke 2–6, hozzáadásával reakcióba vesszük.

Másik megoldás szerint úgy járunk el, hogy

a) vizes fázisban egy elegyet, mely

a<sub>1</sub>) 0,1–0,6 tömegrész (I) és (II) általános képletű vegyületből, ahol a vegyületek egymáshoz viszonyított tömegaránya (I):(II) = 2:1–1:2, és az a<sub>2</sub>)–a<sub>5</sub>) komponensekből áll, diszpergálunk, és a további lépések meg-  
egyeznek az előzőekkel.

Általában előnyösek az olyan poliizocianátok, melyek két vagy több izocianátcsoportot tartalmaznak a molekulán. Előnyös izocianátok a di- és triizocianátok, melyek izocianátcsoportjai alifás vagy aromás gyökhöz kötődhetnek. Ilyen, megfelelő alifás diizocianátok például a következők: tetrametilén-diizocianát, pentametilén-diizocianát és hexametilén-diizocianát.

Megfelelő aromás izocianátok például a következők: toluilén-diizocianát (TDI: a 2,4- és 2,6-izomerek elegye), difenil-metán-4,4'-diizocianát (MDI: DESMODUR VL, Bayer), polimetilén-polifenil-izocianát (MONDUR MR, Mobay Chemical Company), PAPI, PAPI 135 (Upjohn Co.), 2,4,4'-difenil-éter-triizocianát, 3,3'-dimetil-4,4'-difenil-diizocianát, 3,3'-dime-toxi-4,4'-difenil-izocianát, 1,5-naftilén-diizocianát és 4,4',4''-trifenil-metán-triizocianát. További alkal-mas diizocianát az izoforon-diizocianát. Ugyancsak alkalmasak a diizocianátoknak polihidroxi-alkohol-okkal, például etilenglikollal, glicerinnel és trimetilol-propánnal alkotott adduktumaik, melyek úgy jönnek létre, hogy 1 mól polihidroxi-alkohollal annyi mól dii-zocianát reagál, amennyi a megfelelő alkoholban je-lenlevő hidroxilcsoportok száma. Így módon több dii-zocianát molekula kötődik a polihidroxi-alkohollal uretáncsoportokon keresztül, így módon nagy moleku-lájú poliizocianátot alkotva. Különösen előnyös ilyen jellegű termék a DESMODUR L, mely úgy állítható elő, hogy 3 mól toluilén-diizocianátot 1 mól 2-etil-gli-cerinnel (1,1-bisz-metilol-propánnal) reagáltatnak. Ugyancsak megfelelő termékek nyerhetők a hexame-tilén-diizocianát vagy izoforon-diizocianát és etileng-likol vagy glicerinnel addíciójával. Előnyös a poliizocia-nát a difenil-metán-4,4'-diizocianát és polimetilén-polifenil-izocianát.

A fenti di- és triizocianátok önmagukban, vagy két vagy több ilyen izocianát elegyeként egyaránt alkal-mazhatók.

Általában alkalmasak az olyan poliaminok, melyek a molekulában két vagy több aminocsoportot tartal-maznak, mely aminocsoportok alifás és aromás gyö-kökhöz kapcsolódhatnak. Ilyen alifás poliaminok pél-dául a (III) általános képletű  $\alpha,\omega$ -diaminok, ahol  $n$  értéke 2 és 6 közötti egész szám.

Ilyen diamin például az etilén-diamin, propilén-1,3-diamin, tetrametilén-diamin, pentametilén-dia-min és hexametilén-diamin. Előnyös diamin a hexa-metilén-diamin.

Azok a poliaminok, melyek vízben oldhatatlanok, vagy csak rosszul oldódnak, hidrokloridjaik formájá-ban alkalmazhatók.

A polikondenzáció során alkalmazott poliaminok előállíthatók önmagukban ismert módszerekkel is, például egy megfelelő poliizocianát és víz reakciójá-val, majd a keletkezett karbaminsav dekarboxilezésé-vel is.

Megfelelő oldószer (koszolvensek), melyekben az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-ami-nok, vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklo-hexén-aminok és (II) általános képletű N-klór-aceta-nilidek elegyei oldhatók, például a következők: alifás és aromás szénhidrogének, például hexán, ciklohexán, benzol, toluol, xilol, ásványi olajok vagy kerozin. Ugyancsak alkalmas a ciklohexanon, valamint a halo-génezett szénhidrogének, például metilén-klorid, klo-roform, klór-benzol és o-diklór-benzol. Alkalmasak továbbá a kereskedelemben SHELLSOL néven foga-lomba hozott mono- és polialkilezett, aromás vegyüle-

tek elegyei is.

A fentiekben leírt eljárással polikarbamid fallal rendelkező mikrokapszulák nyerhetők. A találmány szerinti eljárás egy megvalósítási változata szerint olyan mikrokapszulák állíthatók elő, melyek fala poli-karbamidot, valamint 30 tömeg%-ig terjedő mennyi-ségben poliamidot tartalmaz. Ebben az eljárásban a kapszulafal képzéséhez szükséges mennyiségű poliizo-cianát mólnyi mennyiségéhez viszonyítva legalább 30 tömeg% mennyiségű di- vagy polikarbonsav-kloridra van szükség. Ilyen megfelelő savklorid például az adi-pinsav-diklorid, maleinsav-diklorid, szebacilsav-dik-lorid vagy borostyánkósav-diklorid. Ezek a savklori-dok a poliizocianáttal együtt oldhatók az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-aminban vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és (II) általános képletű N-klór-acetanilid elegyében, adott esetben további, vízzel nem elegyedő oldószer jelenlétében.

A találmány szerinti vizes mikrokapszula szuszpen-ziók előállítását előnyösen egy vagy több diszpergáló-szer jelenlétében végezzük. Alkalmas diszpergálósze-rek az anionos és nemionos diszpergálószer. A talá-lmány szerinti vizes mikrokapszula szuszpenziók előál-lítását előnyösen az EP-A-0 214 936 számú európai nyilvánosságra-hozatali iratban leírt eljárás szerint anionos diszpergálószer, és legalább egy nemionos vé-dőkolloid és/vagy nemionos, felületaktív szer jelenlé-tében végezzük.

Az alkalmas anionos diszpergálószer általában oligomerek és polimerek, valamint polikondenzátu-mok, melyek megfelelő számú anionos csoportot biz-tosítanak a vízdoldhatóság eléréséhez. Ilyen megfelelő anionos csoportok a szulfocsoportok vagy karboxil-csoportok, azonban karboxilcsoportot tartalmazó po-limerek csak magasabb, előnyösen 5-nél magasabb pH-értéknél alkalmazhatók. A polimer molekulában szereplő anionos csoportok száma általában legalább 60%-a a molekulaszervezetet alkotó monomer egysé-gek számának. A szulfocsoportot tartalmazó oligome-rek és polimerek úgy állíthatók elő, hogy szulfocsoportokat tartalmazó monomereket polimerizálunk, vagy a megfelelő oligomereket vagy polimereket szulfonál-juk. A karboxics csoportokat tartalmazó polimereket úgy állíthatjuk elő, hogy poliakrilátokat vagy polime-takrilátokat elszappanosítunk, mely esetben az elszap-panosítás mértéke legalább 60% kell, hogy legyen. Kül-lönösen előnyös anionos diszpergálószer a szulfo-nált polimerek, és aromás szulfonsavak és formalde-hid kondenzátumai. Jellemző anionos diszpergálósze-rek a következők:

A) polisztirol-szulfonátok, főleg az alkálifém-, alkáli-földfém- és ammóniumsók, és szerves aminok sói, melyeket úgy állíthatunk elő, hogy sztírol-szulfon-savat vagy sóját polimerizálunk, vagy polisztirolt szulfonálunk, majd valamely megfelelő bázissal semlegesítjük, mely esetben a szulfonálás foka leg-alább 60% kell legyen;

B) polivinil-szulfonátok, különösen az alkálifém-, al-káliföldfém- és ammóniumsók, és a szerves ami-

nokkal alkotott sók, melyek vinilszulfonsav vagy sóinak polimerizálásával állíthatók elő;

C) naftalinszulfonsavak, előnyösen naftalin-2-szulfonsav és formaldehid kondenzátumainak sói, különösen az alkálifém-, alkáliföldfém és ammóniumsók, valamint azoknak szerves aminokkal alkotott sói, melyek úgy állíthatók elő, hogy naftalint szulfonálunk, a kapott naftalinszulfonsavakat formaldehiddel kondenzáljuk, majd a terméket megfelelő bázissal semlegesítjük. A kondenzátumok például a (VI) általános képletnek felelhetnek meg, ahol M jelentése nátrium-, kálium-, magnézium-, kalcium-, ammónium-kation, vagy valamely szerves aminból levezethető kation, és n értéke 1–25. Ezeknek a vegyületeknek a molekulatömege általában 500–6.000;

D) naftalinszulfonsavnak fenolszulfonsavval és formaldehiddel alkotott kondenzátumaiból képzett sók, különösen az alkálifém-, alkáliföldfém- és ammóniumsók, valamint a szerves aminokkal alkotott sók. Ezek a termékek szulfocsoportokat tartalmazó polimerek, melyek átlagos molekulatömege 6.000–8.000, és melyben a monomer naftalin és fenol egységek részben metilén-csoportokon, és részben szulfocsoportokon keresztül kapcsolódnak egymáshoz. Ezek hozzávetőleges szerkezetét a (VII) általános képlet szemlélteti, ahol M nátrium-, kálium-, magnézium-, kalcium-, ammónium- vagy szerves aminból levezethető kation;

E) ligninszulfonátok, főleg a nátrium-, kálium-, magnézium-, kalcium- vagy ammóniumsók.

Előnyös anionos diszpergálószer a polisztirol-szulfonátok (A-típus), a naftalinszulfonsav-formaldehid kondenzátumok sói (C-típus), és különösen a naftalinszulfonsav, fenolszulfonsav és formaldehid kondenzátumai (D-típus).

A D-típusú anyagokat, azaz a naftalinszulfonsav, fenolszulfonsav és formaldehid kondenzátumait, melyek különösen előnyös anionos diszpergálószer, az irodalomban eddig nem írták le. Ezek oly módon állíthatók elő, hogy naftalint 120–130 °C hőmérsékleten, majd a reakció során keletkező vizet vákuumban 150–170 °C hőmérsékleten eltávolítva, és a reakcióterméket 90–100 °C hőmérsékletre történő hűtés után formaldehiddel kondenzáltatva. Ezután a reakcióelegyet pH= 6–7 értékre semlegesítjük, így módon vízben oldható, anionos diszpergálószer nyerünk (a továbbiakban „A” diszpergálószer néven említjük), mely granulátum alakú, és átlagos molekulatömege 6.000–8.000.

A fenti körülmények között végzett naftalinszulfonálás elsősorban naftalin-2-szulfonsavat eredményez, kis mennyiségű naftalin-diszulfonsav mellett. A fenol addíciója során ez ugyancsak szulfonálódik. Azonban az eljárás során, különösen, ha 150–170 °C-ra hűtjük az elegyet, nagy mennyiségű szulfon, például 4,4'-dihidroxi-difenil-szulfon és 4-hidroxi-fenil-naftalinszulfon ugyancsak keletkezik a fenolszulfonsav mellett. Az ezt követő, formaldehiddel végzett kondenzáció során olyan polimer keletkezik, melynek naftalin- és fenol-monomer egységei részben metilén-csoport-

tokkal, részben szulfocsoportokkal kapcsolódnak egymáshoz. Az A-diszpergálószer előállításakor a naftalint, fenolt, kénsavat, formaldehidet és bázist 1:0,5–1:2–2,5:0,4–0,8:2–3 molarányban alkalmazhatjuk. A naftalin:fenol:kénsav:formaldehid:bázis molarány előnyösen 1:0,7:2:0,5:2, melynek során bázisként előnyösen nátrium-hidroxidot alkalmazunk. A kénsav előnyösen tömény kénsav és óleum elegye, ahol az óleumban levő szabad kén-trioxid mennyisége legalábbis egyenértéknyi a tömény kénsavban levő víz mennyiségével oly módon, hogy legalább 100%-os kénsav keletkezik, amikor a tömény kénsavat és óleumot keverjük. A formaldehidet általában vizes oldatként, például 37 tömeg%-os, vizes oldatként alkalmazzuk. A víznek a reakció során történő elválasztását desztillációval, előnyösen 10–50 mbar nyomáson végezzük.

Megfelelő nemionos védőkolloidok általában a vízoldható polimerek, melyek molekulatömege általában 10.000 és 200.000 között van. A kapszulák átlagos átmérője befolyásolható a megfelelően alkalmazott polimer molekulatömegeivel. Az alacsonyabb molekulatömegű vízoldható polimerek alkalmazásakor a reakcióelegy kisebb viszkozitású lesz, és így nagyobb kapszulák keletkeznek, míg nagyobb molekulatömegű vízoldható polimerek alkalmazása a reakcióelegy nagyobb viszkozitása miatt kisebb átmérőjű kapszulák képződéséhez vezet. Ilyen megfelelő vízoldható polimerek a következők: poli(vinil-alkohol), poli(vinil-metil-éter), poli(vinil-pirrolidon), hidroxi-etil-cellulóz, hidroxi-propil-cellulóz, metil-cellulóz (szubsztituációs fok: 1,5–2), hidroxi-etil-metil-cellulóz, hidroxi-propil-metil-cellulóz, poli-(2-hidroxi-etil)-metakrilát, poli-[2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-metakrilát, poli(etilén-oxid) poli(oxi-etilén) és poli(allil-alkohol) (poliglicidol).

Előnyösen nemionos védő kolloid a poli(vinil-alkohol). Különösen előnyös poli(vinil-alkohol)-ok a  $4-60 \times 10^{-3}$  Pa.s viszkozitásúak (4 tömeg%-os vizes oldatban, 20 °C hőmérsékleten mérve), melyeket poli(vinil-acetát) elszappanosításával állítanak elő, és elszappanosítási fokuk legalább 60%, előnyösen 80–95%. Ilyen jellegű megfelelő termékek a kereskedelmi forgalomban hozzáférhető MOWIOL termékek.

Az alkalmas nemionos, felületaktív szerek általában nemionos, vízoldható polimerek, melyek átlagos molekulatömege 20.000 alatt van. Különösen előnyös ilyen jellegű nemionos, felületaktív szerek, melyek etilén-oxid vagy etilén-oxid és propilén-oxid, valamint zsíralkoholok, alkil-fenolok, zsírsavak, polihidroxi-vegyületek zsírsav-észterei, zsírsav-amidok és zsíraminok reakciójával állíthatók elő, ahol az etilén-oxid és propilén-oxid egységek száma széles határok között változhat. Általában az etilén-oxid egységek vagy etilén-oxid és propilén-oxid egységek száma 1 és 200, előnyösen 5 és 100, és legelőnyösebben 8 és 40 között van. Megfelelő nemionos, felületaktív szerek például a következők:

(VIII) általános képletű alkil-poli(etilén)glikol-éterek, ahol

$R_1$  jelentése 8–20 szénatomos alkilcsoport, és

$N_1$  értéke 2–100.

Ilyen jellegű termékek kereskedelmi forgalomban hozzáférhetők, ilyen például a BRIJ (Atlas Chemical), ETHYLAN CD és ETHYLAN D (Diamond Shamrock), CENAPOL C, GENAPOL O és GENAPOL S (Hoechts AG);

(IX) általános képletű alkil-fenol-polietylénglikol-éterek, ahol

$R_2$  8–12 szénatomos alkilcsoport,

$m_1$  értéke 1–3 és

$n_2$  értéke 2–40.

$R_2$  jelentése előnyösen oktil- és nonilcsoport.

Az ilyen jellegű termékek is kereskedelmi forgalomban hozzáférhetők, például az alábbi termékek: Antarox (GAF), TRITON X (Röhm and Haas Co.), ATLOX 4991 (ICI), ARKOPAL N (American Hoechst) és ETHYLAN (Lankro Chem. Ltd.);

(X) általános képletű  $\alpha$ -fenetil-fenol-poli(glikol-éter)-ek, ahol

$m_2$  1–3 és

$n_3$  5–40.

Ezeket a termékeket etoxilezett sztiril-fenoloknak nevezik. Kereskedelmi forgalomban beszerezhető termékek például a következők: DISTY 125 (Geronazzo) és SOPROPHOR CY 18 (Rhône-Poulenc S.A.);

(XI) általános képletű zsírsav poli(etoxi-etil)-észterek, ahol

$R_3$  8–22 szénatomos alkilcsoport vagy 10–22 szénatomos alkenilcsoport és

$n_4$  értéke 2–50.

Ezek a vegyületek főleg laurilsavból, oleinsavból és sztearinsavból vezethetők le. Kereskedelmi forgalomban hozzáférhető ilyen termékek például a következők: NONISOL (Ciba-Geigy) vagy MRYJ (ICI);

(XII) általános képletű szorbitán-polietylénglikol-éter-zsírsav-észterek, ahol

$R_4$  8–20 szénatomos alkilcsoport, és

$x$ ,  $y$  és  $z$  egyaránt 1–50, és

$x + y + z = 20–150$ .

$R_4$  lehetséges jelentése például a laurilsav, sztearinsav, palmitinsav és oleinsav megfelelő szénhidrogén-csoportja. Az ilyen termékek poliszorbátként is ismeretesek, és kereskedelembe hozzáférhetők, például a TWEEN (ICI);

(XIII) általános képletű triglicerid-polietylénglikol-éterek, ahol

$R_5$ ,  $R_6$  és  $R_7$  jelentése (XIV) általános képletű csoport, valamint

$R_5$  és  $R_6$  egymástól függetlenül 8–20 szénatomos alkil- vagy 8–20 szénatomos alkenilcsoport és

$n_5$  értéke 3–100.

Megfelelő, 8–20 szénatomos alkil- és 8–20 szénatomos alkenilcsoportokat tartalmazó  $R_5$ CO- és  $R_6$ CO-savgyökök különösen a laurilsav, palmitinsav, sztearinsav és oleinsav megfelelő gyökei. Az ilyen jellegű felületaktív szerek jellemző képviselője az etoxilezett ricinusolaj. Kereskedelmi forgalomban levő ilyen jellemző készítmény az EMULSOGEN (Hoechst AG);

(XV) általános képletű zsírsav-polietyloxi-etil-amidok, ahol

$R_8$  8–20 szénatomos alkilcsoport, 8–20 szénatomos alkenilcsoport, és

$n_6$  és  $n_7$  értéke 1–25.

Alkalmazható  $R_8$ CO- savgyökök különösen a laurilsav, oleinsav, palmitinsav és sztearinsav megfelelő gyökei. Ezek a termékek is kereskedelmi forgalomban vannak, ilyen például az AMIDOX (Stephan Chemical Co.) és ETHOMID (Armac Co.);

(XVI) általános képletű N-polietyloxi-etil-aminok, ahol

$R_9$  8–18 szénatomos alkilcsoport vagy 8–18 szénatomos alkenilcsoport, és

$n_8$  értéke 1–15.

Különösen előnyösek a zsírsav-aminokból, például kókuszszír-aminból, oleil-aminból, sztearil-aminból és faggyúaminból levezethető származékok. Kereskedelmi forgalomban hozzáférhető ilyen készítmény például a GENAMIN (Hoechst AG);

(XVII) általános képletű N,N,N',N'-tetra-(polietyloxi-polipropoxi-etil)-etilén-diaminok, ahol

$x$  és  $y$  egyaránt 2–50 és

$x + y = 4–100$ .

Az ilyen jellegű termékek ugyancsak kereskedelmi forgalomban vannak, különösen alkalmas a TERRO-NIL és TETRONIC (BASF Wyandotte Corp.);

(XVIII) általános képletű alkil-polietylénglikol/poli-propilénglikol-éterek, ahol

$R_{10}$  hidrogénatom, 8–20 szénatomos alkil- vagy 8–20 szénatomos alkenilcsoport, és

$n_9$  és  $n_{11}$  értéke 2–200,

$n_{10}$  értéke 10–80 és

$n_9 + n_{10} + n_{11}$  értéke 15–450.

Különösen előnyös ilyen jellegű termékek például a polietylén-oxid/polipropilén-oxid tömbpolimerek ( $R_{10} = H$ ), mely PLURONIC néven (BASF Wyandotte Corp.) kerül forgalomba.

Előnyösen nemionos felületaktív szerek az etilén-oxid/propilén-oxid tömbpolimerek (PLURONICS), N,N,N',N'-tetra-(polietyloxi-polipropoxi-etil)-etiléndiaminok (TETRONICS), a 10–20 etilén-oxid egységet tartalmazó nonil-fenol-polietylénglikol-éterek, alkil-polietylénglikol-éterek, melyek zsíralkoholokból származtathatók (GENAPOL) és N-polietyloxi-etil-aminok, melyek zsíraminokból vezethetők le (GENAMIN). Különösen előnyös, nemionos felületaktív szerek az etilén-oxid/propilén-oxid tömbpolimerek (PLURONICS).

A találmány szerinti eljárás előnyös megvalósítási változata szerint a vizes mikrokapszula szuszpenziókat úgy állítjuk elő, hogy először az anionos diszpergálószerrel és a nemionos védőkolloidot és/vagy nemionos felületaktív szert vízben oldjuk, majd hozzáadjuk az egy vagy több poliizocianátnak az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexán-aminnal vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexán-amin és (II) általános képletű klóracetil-nilid elegyével készített oldatot, vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexán-aminnak vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexán-amin és (I) általános képletű klóracetil-nilid elegyének vízzel nem elegyedő oldószerrel ké-

szített oldatát, és az elegyet erősen keverjük, míg homogén diszperzió képződik. Folyamatos keverés közben egy vagy több poliamint adunk az elegyhez, és azt folyamatosan tovább keverjük, míg a poliamin és izocianát reakciója teljessé válik. A poliaminokat önmagukban ismert módon vizes oldatként adagolhatjuk.

A poliizocianát és poliamin reakcióideje általában 2–30 perc. A konverzió fokát és a reakció befejeződését a vizes fázisban jelenlevő szabad amin titrálásával állapíthatjuk meg.

A kapszula falának képzéséhez alkalmazott komponenseket általában 2,5–40 tömeg%, előnyösen 5–30 tömeg%, legelőnyösebben 10–25 tömeg% mennyiségben alkalmazhatjuk, a kapszulázandó anyagra számítva. A kapszulázandó anyag vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin, vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és (II) általános képletű klór-acetanilid keveréke, vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin, vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és (II) általános képletű klór-acetanilid elegyének vízzel nem elegyedő oldószerrel készített oldata. A kapszula fal képzéséhez alkalmazott komponensek szükséges mennyisége minden külön esetben elsősorban az előállítandó kapszulák falvastagságától és a kapszulák méretétől függ.

A találmány szerinti eljárással előállított mikrokapszulák átmérőjét a vizes fázisban diszpergált cseppek átmérője határozza meg. Ezeknek a cseppeknek az átmérője ugyanakkor a diszperzió képzésénél alkalmazott keverés mértékétől függ. Gyors keverés esetén kis cseppek keletkeznek, és ennek megfelelően a cseppek átmérője nőni fog a keverés fokának csökkentésével. Ugyanakkor, a mikrokapszulák átmérője nemcsak a keverés fokától, hanem más faktoroktól is függ, például az alkalmazott keverő formájától, a kevert térfogattól, az elegy viszkozitásától, stb. A megfelelő átmérőjű mikrokapszulák képzéséhez szükséges paramétereket természetesen előkísérletekkel könnyen meg lehet határozni.

A találmány szerinti herbicid készítmények előnyösen 1–50 µm átmérőjű mikrokapszulákat tartalmaznak. Előnyösen a mikrokapszulák átmérője 2–30 µm. Adott mikrokapszula átmérő esetén a kapszula falvastagsága a falképző komponensek által képzett polimer mennyiségétől, azaz a poliizocianát és poliamin alkalmazott mennyiségétől függ. A fenti átmérő tartományban levő mikrokapszulák előállításához 2,5–40 tömeg% polimertartalom előnyös. Előnyösebben a kapszulák polimertartalma 5–30 tömeg% és legelőnyösebben 10–25 tömeg%, a kapszulázandó anyag mennyiségére számítva.

A hatóanyag leadásának mértéke befolyásolható a kapszula falának vastagságával, a kapszula átmérőjével és a hatóanyaggal együtt egy további, vízzel nem elegyedő oldószer kapszulázásával.

Amikor a folyékony, poliizocianátot tartalmazó, kapszulázandó fázist vízben diszpergáljuk, anionos diszpergálószer és egy nemionos védőkolloid és/vagy nemionos felületaktív szer alkalmazása meggátolja a

viszkozitás jelentős növekedését, mely különösen akkor lép fel, ha egy anionos diszpergálószer egymagában, például ligninszulfonátot alkalmazunk. Ezáltal tehát nemcsak az eljárás könnyebben végrehajtható, hanem egyidejűleg a poliizocianát és poliamid gyorsabb és teljesebb reakcióját érjük el; így megelőzhető a nemkívánatos melléktermékek keletkezése. A reakcióelegy viszkozitásának csökkentése ugyancsak finomabb diszperzió képződéséhez vezet, ugyanolyan keverési sebesség mellett; ezáltal a kapszulák átmérője csökkenthető. A találmány szerinti eljárással előállított kapszula-szuszpenziók stabilak, és még hosszantartó tárolás után sem képződik szérum vagy kiülepedés szerinti eljárással előállított kapszula-szuszpenziók stabilak, és még hosszantartó tárolás után sem képződik szérum vagy kiülepedés. Ezenkívül, az anionos és nemionos diszpergálószer megfelelő mennyiségi és minőségi megválasztásával a találmány szerint előállított kapszula-szuszpenziók tixotróp tulajdonságokat mutatnak, és ezért egyszerű módon, könnyen folyékony állapotba hozhatók, egyszerű rázással vagy keveréssel.

A találmány szerinti eljárással olyan, mikrokapszulákat tartalmazó vizes suszpenziók állíthatók elő, amelyek literenként 100–700 g mikrokapszulát tartalmaznak. A suszpenziók előnyösen 400–600 g mikrokapszulát tartalmaznak literenként.

A találmány szerinti készítmények közvetlenül alkalmasak felhasználásra, azonban szállítás és tárolás céljára stabilizálhatók további adalékanyagok hozzáadásával. Ilyen anyagok például a felületaktív szerek, sűrítőszer, habzágatók és fagyásgátlók. Ugyancsak lehetséges a mikrokapszulák elválasztása a közvetlenül nyert suszpenzióból például szűréssel vagy centrifugálással, melyek ezután száríthatók, vagy ismét suszpenzióvá alakíthatók. A suszpenzióból izolált és szárított mikrokapszulák nedvesíthető por alakban állnak, és gyakorlatilag korlátlan ideig tárolhatók.

A találmány szerint előállított herbicid készítmények jó kezdeti aktivitással és hosszan elnyújtott hatással rendelkeznek. Ez mindenképp meglepő felismerés, hiszen az általános gyakorlat szerint az lenne várható, hogy a hatóanyagok mikrokapszulázásával a kezdeti aktivitásban csökkenés tapasztalható.

A következő példákban a találmány szerinti eljárást részletesen is ismertetjük. Az ott alkalmazott egyes védjegyek a következő anyagokat jelentik:

MDI: 4,4'-difenil-metán-diizocianát

HMDA: 1,6-hexametilén-diamin

CS 500, CS 450, CS 400 és CS 300: a mikrokapszulázott hatóanyag 1 literben levő mennyisége (500 g/l, 450 g/l, 400 g/l vagy 300 g/l)

EC 250 és EC 480: a hatóanyag mennyiségét jelenti, hagyományos emulzió-koncentrátumban (250 g/l vagy 480 g/l).

Anionos diszpergálószer

A-diszpergálószer: naftalinszulfonsav, fenolszulfonsav és formaldehid kondenzátumának nátrium-sója, melyet az A.1. példa szerint állítunk elő.

Nemionos felületaktív szerek

PLURONIC F-108: etilén-oxid/propilén-oxid tömbpolimer, képlete:  $(EO)_x-(PO)_y-(EO)_z$ , melynek molekulatömege kb. 16.000, és etilén-oxid-tartalma 80%, gyártója: BASF Wyandotte Corp.

Antaron P-904: butil-poli(vinil-pirrolidon), melynek átlagos molekulatömege kb. 1.600, gyártója: GAF Chem. Corp.

#### AI. példa

A-diszpergálószer előállítása

Kiindulási anyagok:

288 g (2,25 mól) naftalin

144 g (1,53 mól) fenol

440 g (4,48 mól) 100%-os kénsav

78,5 g (0,97 mól) 37 tömeg%-os, vizes formaldehid-oldat

370 g (4,4 mól) 48 tömeg%-os, vizes nátrium-hidroxid-oldat.

A naftalint kevert reaktorban megolvastjuk, és kénsav hozzáadása után az olvadékat 4 órán át 120–125 °C hőmérsékleten melegítjük. Ezután adjuk hozzá a fenolt, és a hőmérsékletet további 1 órán át 120–125 °C hőmérsékleten tartjuk. A reakcióelegyet tartalmazó reaktort 15 mbar nyomásra állítjuk, és hőmérsékletét lassan 160 °C-ra emeljük, majd 3 órán át ezen a hőmérsékleten tartjuk, miközben a vizet ledesztilláljuk a reakcióelegyből.

Ezután 105–110 °C-ra hűtjük, és keveréssel homogenizáljuk. A reakcióelegyet 200 g jég óvatos hozzáadásával 90 °C hőmérsékletre hűtjük, miközben az elegy homogenitását folyamatos keveréssel tartjuk. A formaldehid-oldatot d90–95 °C hőmérsékleten 1 óra alatt adjuk hozzá, majd az elegyet 3 órán át 95 °C hőmérsékleten keverjük.

A reakcióelegy mintája ezután vízzel tiszta, 5 tömeg%-os oldatot alkot, és nem érezhető a formaldehid szaga. A reakcióelegyet ezután 60 g jég és 60 g víz hozzáadásával 80 °C hőmérsékletre hűtjük. További 180 ml vizet adunk hozzá, és 230–250 ml 48 tömeg%-os nátrium-hidroxid-oldat hozzáadásával 80 °C hőmérsékleten semlegesítjük.

A reakcióelegy egy mintájának 10 tömeg%-os oldata körülbelül 6,5 pH-t mutat. A reakcióelegyet ezután szárazra pároljuk, és a maradékot granuláljuk, így módon 900 g A-diszpergálószer nyerünk, vízben oldható granulátumként.

*N*-klór-acetil-*N*-izopropil-3,5,5(3)-trimetil-ciklohex-1-én-amin (Trimexachlor) mikrokapszulázását szemléltető példák

Az alábbi példákban az átlagos részecskeméretet a keverés mértéke határozza meg.

A példákat X20- vagy X40- nagysebességű keverőben végezzük (YSTRAL GmbH, D-7801 Ballrechten-Dottingen gyártmány), és a legnagyobb részecskeméreteket hagyományos lapátos keverővel készítettük.

A keverés mértékétől és az alkalmazott keverőberendezéstől függően az alábbi részecskeméreteket kaptuk:

X20- vagy X40- nagysebességű keverő:

Keverés sebessége	részecskeméret
10 m/s	2 μm
5 m/s	6 μm

5 Lapátos keverő:  
Keverés sebessége

Keverés sebessége	részecskeméret
0,5 m/s	30 μm

#### 10 H1. példa

Trimexaklór CS500 mikrokapszulák előállítása

1a)

250 ml-es főzőpohárba 0,8 g A-diszpergálószer és 0,8 g Pluronic F 108-at oldunk 71 g ionmentesített vízben, erős keverés közben, 3,4 g MDI 80 g trimexaklórral készített oldatát adjuk hozzá. Egy perc eltelté után 1,4 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk az elegyhez. A keverést 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk, majd a reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük. A keverés sebességétől függően 2–30 μm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

1b)

250 ml-es főzőpohárba 0,8 g A-diszpergálószer és 0,8 g Pluronic F 108-at oldunk 64 ml ionmentesített vízben, majd erős keverés közben 7,2 g MDI 30 g trimexaklórral készített oldatát adjuk hozzá. Körülbelül 1 perc elteltével 3,0 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést további 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk. A keverés mértékétől függően 2–30 μm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

1c)

250 ml-es főzőpohárban 53 g ionmentesített vízben 1,6 g A-diszpergálószer és 1,6 g Pluronic F 108-at oldunk, majd keverés közben először 14,9 g MDI 80 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1 perc múlva 6,2 g HMDA (40 tömeg%-os, vizes oldat) oldatát. A keverést mérsékelt sebességgel körülbelül 12 órán át folytatjuk. A keverés sebességétől függően 2–30 μm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

40

#### H2. példa

Trimexaklór CS 450 mikrokapszulák előállítása

2a)

0,9 g A-diszpergálószer és 1,8 g Pluronic F 108 72,7 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 11,6 g MDI 81 g trimexaklórral készített oldatát, majd 1 perc múlva 4,8 g HMDA 40 tömeg%-os vizes oldatát adjuk. A reakcióelegyet mérsékelt sebességgel 1 órán át keverjük. A keverés sebességétől függően 3–30 μm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

2b)

0,9 g A-diszpergálószer és 1,8 g Pluronic F 108 56 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 14,6 g MDI 72 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1 perc elteltével 0,6 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést mérsékelt sebességgel 1 órán át folytatjuk. A keverés sebességétől függően 3–30 μm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

60



*H3. példa*

Trimexaklór CS400 mikrokapszulák előállítás

3a)

0,8 g A-diszpergálószer, 0,8 g Pluronic F 108 és 8 g 1,2-propilén-glikol 14,4 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 28 g toluol és 7,2 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1 perc elteltével 3,0 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést további 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk. A keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

3b)

0,8 g A-diszpergálószer, 0,8 g Pluronic F 108 és 8 g 1,2-propilén-glikol 46,2 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben 28 g toluol és 8,4 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1 perc elteltével 1,8 g etilén-diamin 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A trimexaklór-oldatnak a vizes oldathoz történő hozzáadása során a keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű kapszulákat nyerünk.

3c)

0,8 g A-diszpergálószer és 0,8 g Pluronic F 108 52,4 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 28 g toluol és 7,2 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd 1 perc elteltével 3,0 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést mérsékelt sebességgel 1 órán át folytatjuk. A keverés mértékétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

3d)

0,8 g A-diszpergálószer és 0,8 g Pluronic F 108 54,2 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 18 g toluol és 8,4 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1 perc elteltével 1,8 g etilén-diamin 40 tömeg%-os vizes oldatát adjuk. Ezután a keverést 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk. A keverési sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

3e)

0,8 g A-diszpergálószer és 0,8 g Pluronic F 108 56,8 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 30,3 g isophoron és 3,5 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd 1 perc elteltével 1,5 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk.

3f)

0,8 g A-diszpergálószer és 0,8 g Pluronic F 108 56,8 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 30,3 g 3,3,5-trimetil-ciklohexanon és 3,5 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd 1 perc elteltével 1,5 g HMDA 40 tömeg%-os vizes oldatát adjuk. A keverést mérsékelt sebességgel folytatjuk.

3g)

0,8 g Antaron P 904 és 8,0 g 1,2-propilén-glikol 45,2 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 28 g toluol és 7,2 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1

perc elteltével 3,0 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést ezután mérsékelt sebességgel folytatjuk.

3h)

5 8,0 g Antaron P 904 és 8,0 g 1,2-propilén-glikol 48 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 28 g toluol és 8,4 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1 perc elteltével 1,8 g etilén-diamin 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk.

3i)

15 8,0 g Antaron P 904 55 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben először 28 g toluol és 8,4 g MDI 64 g trimexaklórral készített oldatát, majd körülbelül 1 perc elteltével 1,8 g etilén-diamin 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. A keverést ezután mérsékelt sebességgel folytatjuk.

*H4. példa*

CS 300 trimexaklór mikrokapszulák előállítása

4a)

25 5,0 g A-diszpergálószer és 5,0 g Pluronic F 108-at 316 g ionmentesített vízben oldjuk, majd erős keverés közben 195 g toluol és 87,5 g MDI 300 g trimexaklórral készített oldatát adjuk hozzá. 1 perc elteltével 36,3 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk az elegyhez, majd mérsékelt sebességgel végzett keveréssel további 1 órán át reagáltatjuk.

30 A keverés sebességétől függően (a trimexaklór-oldat és a vizes fázis elegyítése során) 2–30 µm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

4b)

35 7,5 g A-diszpergálószer és Pluronic F 108 (7,5 g) 523 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben 58,4 g MDI és 293 g toluol 450 g trimexaklórral készített oldatát adjuk. 1 perc elteltével az elegyhez 24,2 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk, majd az elegyet további 1 órán át mérsékelt sebességgel keverjük.

40 A trimexaklór-oldat és a vizes fázis elegyítése során a keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

4c)

45 7,5 g A-diszpergálószer és 7,5 Pluronic F 108-at 635 g ionmentesített vízben oldunk, majd erős keverés közben 27,6 MDI 293 g toluollal és 450 g trimexaklórral készített oldatát adjuk hozzá. 1 perc elteltével 11,5 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk hozzá, majd a keverést további 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk. A trimexaklór-oldat és a vizes fázis elegyítése során a keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

4d)

55 0,6 g A-diszpergálószer és 0,6 g Pluronic F 108 52,8 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben 20,6 g MDI 15 g toluollal és 36 g trimexaklórral készített oldatát adjuk. 1 perc elteltével az elegyhez 2,3 g HMDA 40 tömeg%-os vizes oldatát adjuk, és a keverést további 1 órán át mérsékelt sebesség-

gel folytatjuk.

A trimexaklór-oldat és a vizes fázis elegyítése során a keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

4e)

0,6 g A-diszpergálószer és 0,6 g Pluronic F 108 53,8 g ionmentesített vízzel készített oldatához erős keverés közben 12,9 g MDI 15 g toluollal és 36 g trimexaklórral készített oldatát adjuk. 1 perc elteltével 0,1 g 1,4-diazabiciklo[2.2.2]oktán 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk. Az elegyet ezután 45–50 °C hőmérsékleten melegítjük, és további 1 órán át mérsékelt sebességgel keverjük.

A trimexaklór-oldat és a vizes fázis elegyítése során a keverés mértékétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

4f)

0,6 g A-diszpergálószer és 0,6 g Pluronic F 108-at 61,6 g ionmentesített vízben oldunk, és erős keverés közben az oldathoz 3,0 g MDI 15 g toluollal, 1,0 g szecbacinsav-dikloriddal és 36,0 g trimexaklórral készített oldatát adjuk. 1 perc elteltével 1,7 g HMA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk az elegyhez, majd további 1 órán át mérsékelt sebességgel keverjük. A trimexaklór-oldat és a vizes fázis elegyítése során a keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat nyerünk.

4g)

0,6 g A-diszpergálószer és 0,6 g Pluronic F 108-at 62,6 g ionmentesített vízben oldunk, és erős keverés közben 3,5 g MDI 15 g trimexaklórral készített oldatát adjuk. 1 perc elteltével 1,1 g etilén-diamin 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk hozzá, és a keverést további 1 órán át mérsékelt sebességgel folytatjuk. A trimexaklór-oldat és a vizes fázis elegyítése során a keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

##### H5. példa

Trimexaklór-metolaklór elegyet tartalmazó mikrokapszulák előállítása

5a)

1,6 g A-diszpergálószer, 8,0 g 1,2-propilén-glikol és 1,6 g Pluronic F 108 elegyét 250 ml-es főzőpohárban 54 g vízben oldjuk. Erős keverés közben 40,0 g trimetaklór és 6,9 g MDI 40,0 g metolaklórral készített oldatát adjuk hozzá, és addig keverjük, míg a kívánt szemcseméretet érjük el. Ezután 2,8 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk az elegyhez. A keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő. Az így előállított mikrokapszulák 10,0% polimert tartalmaznak, a trimexaklór és metolaklór mennyiségére számítva (CS 500 — mikrokapszulázás).

5b)

1,6 g A-diszpergálószer, 8,0 g 1,2-propilén-glikol és 1,6 g Pluronic F 108 elegyét 250 ml-es főzőpohárban 36,5 g vízben oldunk. Erős keverés közben 40,0 g trimexaklór és 17,9 g MDI 40,0 g metolaklórral készített oldatát adjuk hozzá, majd a keverést addig folytatjuk,

míg a kívánt szemcseméretet elérjük. Ezután 7,4 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk hozzá. A keverés mértékétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő. Az így előállított mikrokapszulák 26% polimert tartalmaznak, a trimexaklór és metolaklór mennyiségére számítva (CS 500 — mikrokapszulázás).

5c)

1,6 g A-diszpergálószer és 1,6 g Pluronic F 108-at 250 ml-es főzőpohárban 38,0 g vízben oldunk. Erős keverés közben 56,0 g trimexaklór és 15,8 g MDI 24,0 g metolaklórral készített oldatát adjuk hozzá, és a keverést addig folytatjuk, míg el nem érjük a kívánt részecskeméretet. Ezután 6,5 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk hozzá, és a keverést további 1 órán át folytatjuk. A keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

Az így előállított mikrokapszulák 23 % polimert tartalmaznak, a trimexaklór és metolaklór mennyiségére számítva (CS 500 — mikrokapszulázás).

5d)

1,6 g A-diszpergálószer, 8,0 g 1,2-propilén-glikol és 1,6 g Pluronic F 108 elegyét 250 ml-es főzőpohárban 38,2 g vízben oldjuk. Erős keverés közben 42,7 g trimexaklór és 15,0 g MDI 21,3 g metolaklórral és 16,0 g toluollal készített oldatát adjuk hozzá, és a keverést addig folytatjuk, míg a kívánt részecskeméretet elérjük. Ezután 6,2 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk hozzá. A keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

Az így előállított mikrokapszulák 21% polimert tartalmaznak, a trimexaklór, toluol és metolaklór mennyiségére számítva (CS 400 — mikrokapszulázás).

5e)

1,6 g A-diszpergálószer, 8,0 g 1,2-propilén-glikol és 1,6 g Pluronic F 108-at 250 ml-es főzőpohárban 38,2 g vízben oldunk. Erős keverés közben 26,6 g trimexaklór és 15,0 g MDI 53,4 g metolaklórral készített oldatát adjuk hozzá, és a keverést addig folytatjuk, míg a kívánt részecskeméretet elérjük. Ezután 6,2 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk hozzá, és a keverést lassan tovább folytatjuk. A keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

Az így előállított mikrokapszulák 21% polimert tartalmaznak, a trimexaklór és metolaklór mennyiségére számítva (CS 500 — mikrokapszulázás).

5f)

1,6 g A-diszpergálószer, 8,0 g 1,2-propilén-glikol és 1,5 g Pluronic F 108-at 250 ml-es főzőpohárban 54 g vízben oldunk. Erős keverés közben 40,0 g trimexaklór és 3,5 g MDI 40,0 g metolaklórral készített oldatát adjuk hozzá, és a keverést addig folytatjuk, míg a kívánt szemcseméretet nyerjük. Ezután 1,4 g HMDA 40 tömeg%-os, vizes oldatát adjuk hozzá. A keverés sebességétől függően 2–30 µm méretű mikrokapszulákat állítunk elő.

Az így előállított mikrokapszulák 5,0% polimert tartalmaznak, a trimexaklór és metolaklór mennyiségére számítva (CS 500 — mikrokapszulázás).

Az 5a)–5f) példákban előállított mikrokapszulák adatait az alábbi I. táblázat tartalmazza:

I. táblázat

Példa	AI-tartalom (%)**	Trimexaklór: :Metaklór arány	Oldószer- tartalom (%)	Polimer- tartalom (%) <sup>*</sup>	Kapszula- méret (µm)
5a)	50	1:1	–	10,8	2–30
5b)	50	1:1	–	24,0	2–30
5c)	50	2,3:1	–	22,0	2–30
5d)	40	2:1	20,0	21,0	2–30
5e)	50	1:2	–	21,0	2–30
5f)	50	1:1	–	5,0	2–30

\*A teljes kapszula-anyaghoz viszonyítva

\*\*AI= hatóanyag

a %-os érték tömeg%-ra vonatkozik

### BIOLÓGIAI PÉLDÁK

#### B1. példa

Hatás *Echinochloa crus-galli* ellen, kezdeti és elnyújtott aktivitás (starilizált talajban)

50x30x10 cm méretű műanyag tartályokat steril talajjal töltünk meg, majd a vizsgálandó hatóanyaggal és a megfelelő hatóanyag-dózissal történő kezelés után melegházba helyezük azokat. Közvetlenül az adagolás után (I. kísérleti sor, a kezdeti aktivitás meghatározása), vagy a kezelést követő harmadik hét végén (II. kísérleti sor, elnyújtott hatás vizsgálata) a talaj felszínére *Echinochloa crus-galli* magokat vetünk. A herbicid hatást a vetést követő 10–12. napon értékeljük ki, melynek során a 0-érték a kezeletlen kontrollal való hasonlóságot, míg a 100-érték a 100%-os herbicid ha-

tást jelenti.

A trimexaklór (N-izopropil-N-klór-acetil-3,5,5(3)-trimetil-ciklohex-1-én-amin) EC 250 standard készítményként (emulgeálható koncentrátum), és az 1a. példa szerinti CS 500 készítményként vizsgáltuk, mely utóbbi átlagos részecskemérete 2–4 µm és polimertartalma 2,5–20 tömeg%.

25 A fenti trimexaklór-készítményt a kereskedelmi forgalomban levő emulgeálható koncentrátum (EC 480) és kereskedelembe hozzáférhető alaklór (N-klór-acetil-N-metoxi-metil-2,6-dietil-anilin) mikrokapszulázott készítmény (MT 480) hatásával hasonlítottuk össze, figyelembevéve azok kezdeti és elnyújtott aktivitását.

Az eredményeket a II. táblázatban szemléltetjük.

II. táblázat

Hatóanyag készítmény	Adagolt mennyiség kg hatóanyag/kg	I. Kísérletsorozat (közvetlenül az adagolás után)	II. Kísérletsorozat (3 héttel az adagolás után)
Trimexachlor	0,25	99	0
EC 250	0,5	100	5
	1,0	100	60
	2,0	100	95
Trimexachlor	0,25	99	20
2,6% <sup>1)</sup>	0,5	100	35
CS 500 2–4 µm <sup>2)</sup>	1,0	100	65
	2,0	100	99
Trimexachlor	0,25	100	20
5% <sup>1)</sup>	0,25	100	35
CS 500 2–4 µm <sup>2)</sup>	1,0	100	89
	2,0	100	97
Trimexachlor	0,25	100	35
10% <sup>1)</sup>	0,5	100	55
CS 500 2–4 µm <sup>2)</sup>	1,0	100	89
	2,0	100	100

## II. táblázat folytatása

Hatóanyag készítmény	Adagolt mennyiség kg hatóanyag/kg	I. Kísérletsorozat (közvetlenül az adagolás után)	II. Kísérletsorozat (3 héttel az adagolás után)
Trimexachlor 20% <sup>1)</sup> CS 500 2-4 $\mu\text{m}^2$	0,25	95	70
	0,5	99	90
	1,0	100	100
	2,0	100	100
Alachlor EC 480 <sup>3)</sup>	0,25	97	40
	0,5	99	45
	1,0	100	97
	2,0	100	99
Alachlor MT 480 <sup>4)</sup>	0,25	30	65
	0,5	80	94
	1,0	93	95
	2,0	100	100

1) Polimer-tartalom, tömeg%

2) Részecskeméret,

3) Emulzió-koncentrátum: Lasso, Monsanto Company, USA gyártmánya (hatóanyag-tartalom: 480 g/l).

4) Mikrokapszulázott készítmény: MicroTech Lasso: Monsanto Company, USA gyártmánya (hatóanyag-tartalom: 480 g/l).

## B2. példa

Elnyújtott hatás Echinochloa crus-galli ellen nem steril talajban

A B1. példában leírtak szerint EC 250 standard trimexachlor-készítményt, CS 400 trimexachlor-készítményt (lásd H3. példa), és a H5. példában előállított

két metolachlor-trimexachlor készítményt vizsgáltunk. A steril talaj helyett nem-steril talajt alkalmaztunk. A növényeket az adagolást követő 30. napon ültettük el, és a herbicid aktivitást az ültetést követő 10-12. napon értékeltük ki. Az eredményeket a III. táblázat szemlélteti.

## III. táblázat

Vizsgált készítmény	Trimexachlor		Metolachlor/Trimexachlor 1:1	
	EC 250	CS 400	CS 500 5 t% polimer-tartalom	CS 500 10 t% polimer-tartalom
Adagolás mennyisége kg hatóanyag/ha				
0,25	0	0	90	35
0,5	0	10	90	60
1,0	0	95	98	98

## SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Mikrokapszulázott herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a mikrokapszulák titerenként 100-700 g mikrokapszulát tartalmazó vizes szuszpenziója, mely mikrokapszulák polikarbamid kapszula falból állnak, és herbicid hatású (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin-származékot tartalmaznak, mely képletben

R 1-6 szénatomos alkilcsoport,

R<sub>1</sub> hidrogénatom és

R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> és R<sub>4</sub> egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport, és a polikarbamid fal mennyisége 5-30 tömeg%, a kapszulázott anyag tömegére számítva.

2. Mikrokapszulázott herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a mikrokapszulák titerenként 100-700 g mikrokapszulát tartalmazó vizes szuszpenziója,

ahol a kapszula fala polikarbamid, és herbicid hatású (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin, ahol

R 1-6 szénatomos alkilcsoport,

R<sub>1</sub> hidrogénatom, és

R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> és R<sub>4</sub> egymástól függetlenül hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport,

és herbicid hatású (II) általános képletű klór-acetanilid, ahol

R<sub>5</sub> metilcsoport,

R<sub>6</sub> etilcsoport és

R<sub>7</sub> jelentése 2-(1-4 szénatomos alkoxi)-1-metil-etil-csoport elegyét tartalmazza ahol az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és a (II) általános képletű klór-acetanilid-származék tömegaránya 2:1 és 1:2 közötti, és a polikarbamid fal mennyisége 5-30 tömeg%, a kapszulázott anyag tömegére számítva.

3. A 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy hatóanyagként a (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és a (II) általános képletű N-klór-acetanilid 1:1 tömegarányú elegyét tartalmazza.

4. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-aminként N-izopropil-N-klór-acetil-3,5,5(3)-trimetil-ciklohex-1-én-amint, Trimechachlor-t, tartalmaz.

5. A 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy (II) általános képletű klór-acetanilidként

N-klór-acetil-N-etoxi-metil-2-etil-6-metil-anilint, N-klór-acetil-N-metoxi-metil-2,6-dietil-anilint, Alachlor-t,

N-klór-acetil-N-(2-metoxi-1-metil-etil)-2-6-metil-anilint, Metachlor-t tartalmaz.

6. A 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan (II) általános képletű klór-acetanilidet tartalmaz, mely az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-aminnal elegyítve folyadékot alkot.

7. A 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy olyan (II) általános képletű klór-acetanilidet tartalmaz, mely szobahőmérsékleten folyékony.

8. A 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a mikrokapszulák N-izopropil-N-klór-acetil-3,5,5(3)-trimetil-ciklohex-1-én-amin, Trimechachlor, és N-klór-acetil-N-(2-metoxi-1-metil-etil)-2-etil-6-metil-anilint, Metolachlor elegyét tartalmazzák.

9. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a mikrokapszulák a herbicid hatású (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-aminon vagy az (I) általános képletű, herbicid N-klór-acetil-ciklohexén-amin és herbicid hatású (II) általános képletű N-klór-acetanilid elegyén kívül 0,25–0,75 tömegrész vízzel nem elegyedő oldószert is tartalmaz, az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin vagy az (I) általános képletű N-klór-acetil-ciklohexén-amin és (II) általános képletű N-klór-acetanilid elegyének mennyiségére vonatkoztatva.

10. A 9. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy vízzel nem elegyedő oldószerként alifás vagy aromás szénhidrogént, gyűrűs ketont vagy halogénezett szénhidrogént tartalmaz.

11. A 10. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy vízzel nem elegyedő oldószerként hexánt, ciklohexánt, benzolt, toluolt, xilolt, ásványi olajat, kerozint, ciklohexanont, metilén-kloridot, kloroformot, klór-benzolt, o-diklór-benzolt vagy mono- és polialkilezett aromás vegyületek elegyét tartalmazza.

12. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a mikrokapszulák 10–25 tömeg% polimert tartalmaznak, a kapszulázandó anyag tömegére számítva.

13. A 12. igénypont szerinti herbicid készítmény,

*azzal jellemezve*, hogy egyenként 400–600 g mikrokapszulát tartalmaz.

14. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy 1–50 µm átmérőjű mikrokapszulákat tartalmaz.

15. A 14. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy 2–30 µm átmérőjű mikrokapszulákat tartalmaz.

16. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti herbicid készítmény, *azzal jellemezve*, hogy a kapszulák polikarbamid fala legfeljebb 30 tömeg% poliamidot tartalmaz.

17. Eljárás mikrokapszulákat tartalmazó herbicid készítmény előállítására, ahol a kapszula fala polikarbamid és a kapszulázott anyag az (I) általános képletű, herbicid aktivitással rendelkező n-klór-acetil-ciklohexén-amin, ahol

R 1–4 szénatomos alkilcsoport,

R<sub>1</sub> hidrogénatom,

R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> és R<sub>4</sub> egymástól függetlenül 1–4 szénatomos alkilcsoport, *azzal jellemezve*, hogy

a) vizes fázisban egy olyan elegyet, amely

a<sub>1</sub> 0,1–0,6 tömegrész (I) általános képletű vegyületből,

a<sub>2</sub>) 0,02–0,2 tömegrész difenil-(1–4 szénatomos)-alkán-diizocianáttól,

a<sub>3</sub>) adott esetben 0,25–0,4 mólekvalens a<sub>2</sub>-re vonatkoztatott 7–13 szénatomos alkil-dikarbonsav dikloridjából és

a<sub>4</sub>) adott esetben 0,1–0,25 tömegrész vízzel nem elegyedő oldószerből álló elegyet

a<sub>5</sub>) 0,01–0,1 tömegrész anionos diszpergálószer és/vagy nemionos felületaktív szer jelenlétében diszpergálunk, és az így kapott diszperziót

b<sub>1</sub>) poliizocianát részleges hidrolízisével és/vagy

b<sub>2</sub>) 0,5–2,0 tömegrész (III) általános képletű poliamin, ahol n értéke 2–6, hozzáadásával reakcióba viszszük.

18. Eljárás mikrokapszulákat tartalmazó herbicid készítmény előállítására, ahol a kapszula fala polikarbamid és a kapszulázott anyag az (I) általános képletű, herbicid aktivitással rendelkező n-klór-acetil-ciklohexén-amin, ahol

R 1–4 szénatomos alkilcsoport,

R<sub>1</sub> hidrogénatom,

R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> és R<sub>4</sub> egymástól függetlenül 1–4 szénatomos alkilcsoport, és egy herbicid aktivitással rendelkező, (II) általános képletű klór-acetanilid, ahol

R<sub>5</sub> metilcsoport,

R<sub>6</sub> etilcsoport és

R<sub>7</sub> 2-(1–4 szénatomos alkoxi)-1-metil-etil-csoport, és az (I) általános képletű vegyület tömegaránya a (II) általános képletű vegyülethez 2:1–1:2, előállítására, *azzal jellemezve*, hogy

a) vizes fázisban egy elegyet, mely

a<sub>1</sub>) 0,1–0,6 tömegrész (I) és (II) általános képletű vegyületből, ahol a vegyületek egymáshoz viszonyított tömegaránya (I):(II)= 2:1–1:2,

a<sub>2</sub>) 0,02–0,2 tömegrész difenil-(1–4 szénatomos)-alkán-diizocianáttól,

a<sub>3</sub>) adott esetben 0,25–0,4 mólekvalens a<sub>2</sub>-re vo-

natkoztatott 7–13 szénatomos alkil-dikarbonsav dikloridjából és

a<sub>4</sub>) adott esetben 0,1–0,25 tömegrész vízzel nem elegyedő oldószerből álló elegyet

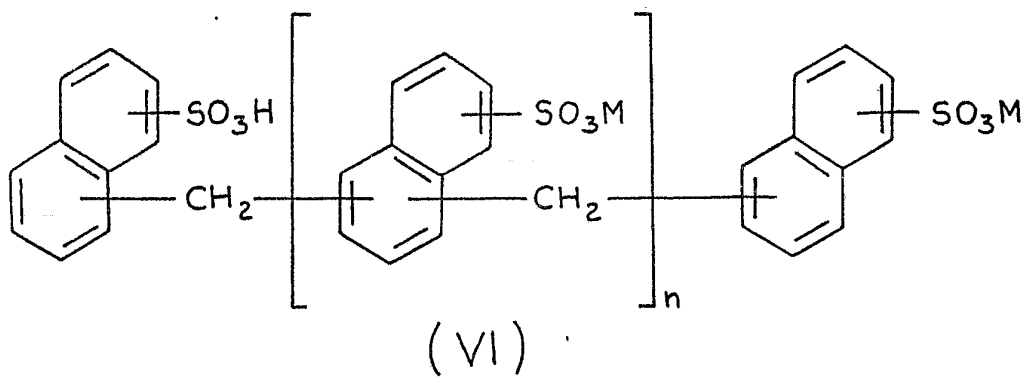
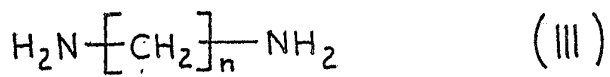
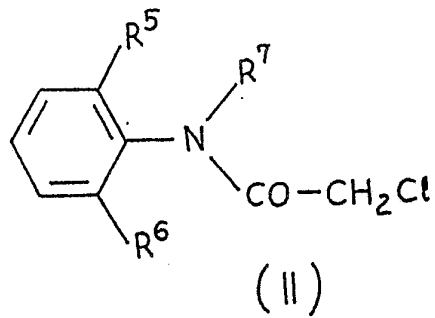
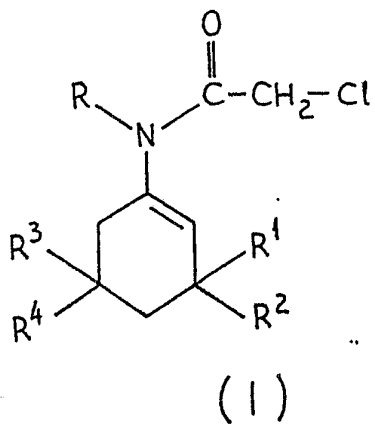
a<sub>5</sub>) 0,01–0,1 tömegrész anionos diszpergálószer és/vagy nemionos felületaktív szer jelenlétében disz-

pergálunk, és az így kapott diszperziót

b<sub>1</sub>) poliizocianát részleges hidrolízisével és/vagy

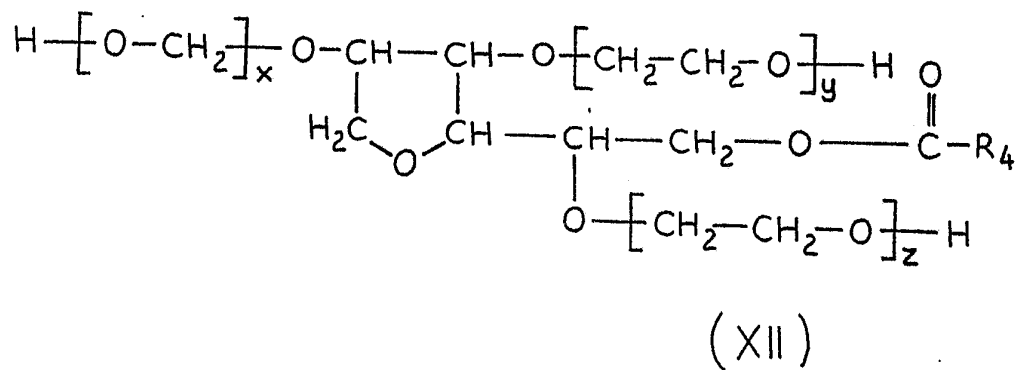
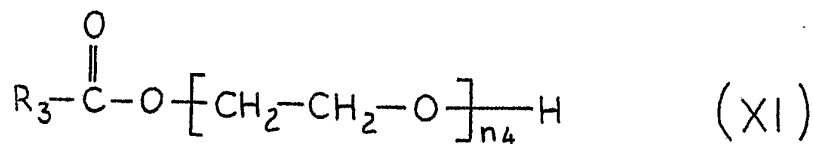
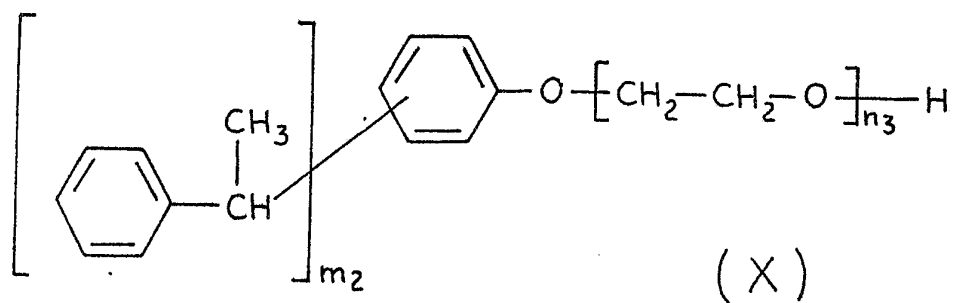
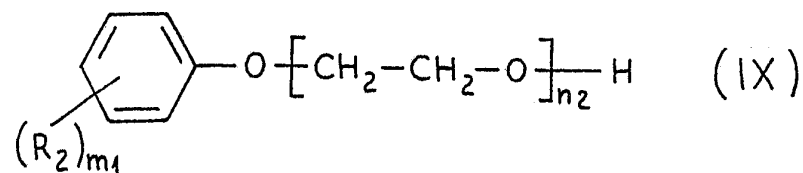
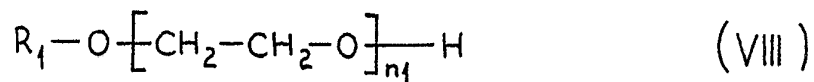
b<sub>2</sub>) 0,5–2,0 tömegrész (III) általános képletű poliamin, ahol n értéke 2–6, hozzáadásával reakcióba viszsűk.

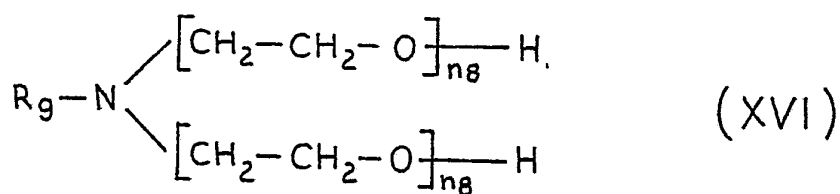
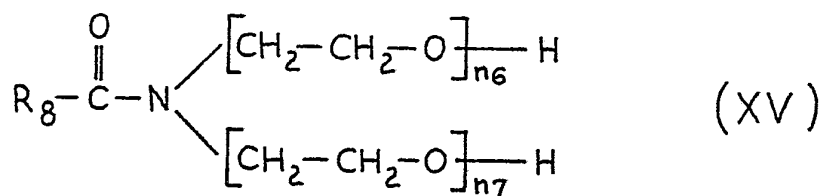
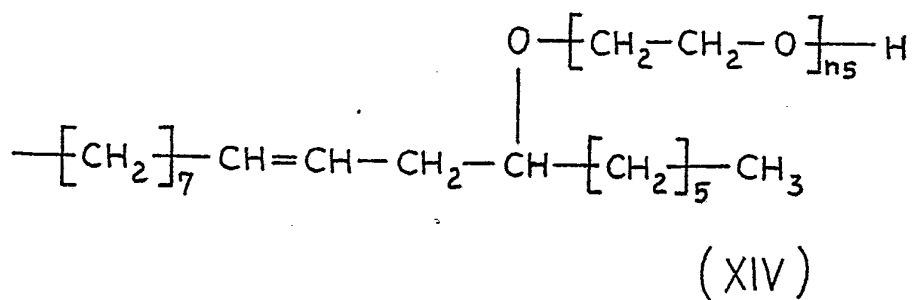
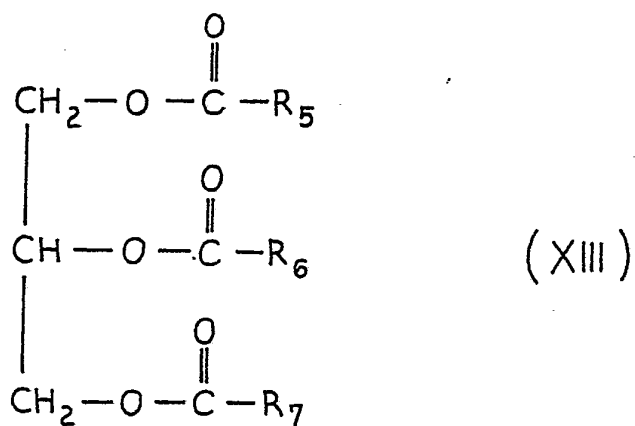
5

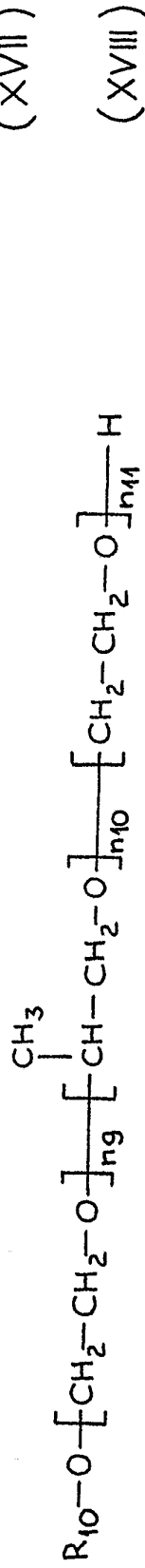
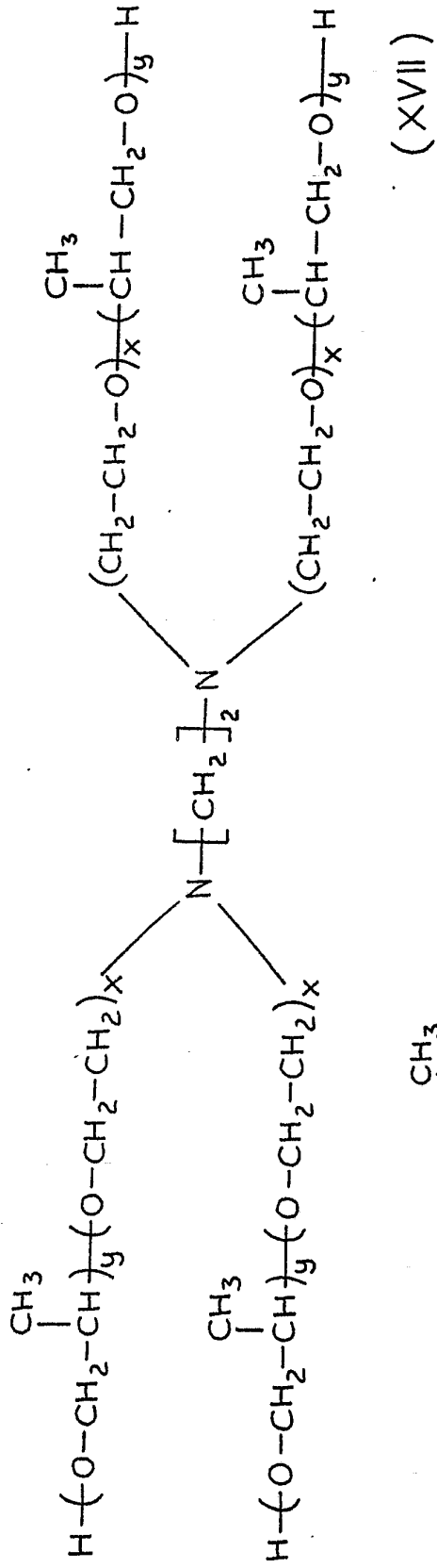












A-reakcióvázlat

