

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patento numeris: **3660**

(51) Int.Cl.⁵: **A01N 25/02,**
A01N 25/30,
A01N 37/06

(21) Paraiškos numeris: **IP899**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 08 27**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 03 27**

(45) Patento paskelbimo data: **1996 01 25**

(60) SU duomenys: **SU 4614774, 1989 08 04**

(31,32,33) Prioritetas: **63-196622, 1988 08 05, JP**

(72) Išradėjas:
Tadahiko Matsunaga, JP
Kazunobu Dohara, JP

(73) Patento savininkas:
SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED, 5-33, Kitahama-4-chome, Chuo-ku,
Osaka, JP

(74) Patentinis patikėtinis:
Marius Jakulis-Jason, 3, A.A.A.Baltic Service Company, Rūdninkų g. 18/2-12, 2001
Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:
Insekticidinė skaidri emulsija ir jos gavimo būdas

(57) Referatas:

Pagal šį išradimą insekticidinė skaidri emulsija gaunama sumaišius:
(A) bent vieną piretroidinį insekticidą, išrinktą iš grupės, kurią sudaro:
3-fenoksibenzilo chrizantematas,
3-aliil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,
3-aliil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrametil- ciklopropankarboksilatas,
2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizantematas ir
 α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas, arba mišinys bent vieno piretroidinio insekticido, išrinkto iš grupės,
kurią sudaro:
3-fenoksibenzilo chrizantematas,

LT 3660 B

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,
3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3- tetrametilciklopropankarboksilatas,
2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizantematas ir
 α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas, ir bent vienas piretroidinis insekticidas, išrinktas iš grupės, kurią sudaro:

α -ciano-3-fenoksibenzilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropankarboksilatas,
3,4,5,6-tetrahidroftalimidmetilo chrizantematas,
3-fenoksibenzil-3-(2,2-dichlorvinil)-2,2-dimetilciklopropankarboksilatas ir
1-etinil-2-metil-2-pentenilo chrizantematas, kaip aktyvius komponentus,
(B) paviršiaus aktyvi medžiaga, sumaišyta su poliniu tirpikliu, kurią sudaro bent vienas metalo alkilbenzensulfonatas, bent viena nejoninė paviršiaus aktyvi medžiaga, kurios HLB (hidrofilinė-lipofilinė pusiausvyra) yra tarp 10 ir 18 ir bent vienas polinis tirpiklis, ir

(C) vanduo,

taip, kad (B) sudėties kiekis emulsijoje yra lygus arba didesnis nei (A) sudėties kiekis, bet (B) kiekis neviršija 6 masės % ir po to atskiedžiama vandeniu. Pagal šį išradimą insekticidinė skaidri emulsija yra tinkamesnė tuo, kad tirpalo stovis nekinta net labai greitai keičiantis (didėjant arba mažėjant) aplinkos temperatūrai.

Šis išradimas skirtas insekticidinei skaidriai emulsijai, kuri gaunama tirpinant vandenyje netirpų vandenyje insekticidinį komponentą, specialiai primaišant paviršiaus aktyvios medžiagos, be to, nurodyta incsekticidinė emulsija yra skaidri ir homogeninė, tinkamesnė tirpalo būsenoje bei aktyvaus komponento stabilumo atžvilgiu plačiame temperatūrų diapazone.

Piretroidiniai insekticidai, dėl jų mažo toksiškumo žinduoliams, buvo plačiai naudojami išpurškiamuose buitiniuose insekticiduose.

Kadangi piretroidiniai insekticidai vandenyje yra netirpūs, jie dažniausiai tirpsta organiniame tirpiklyje, pavyzdžiui, žibale arba aromatinuose tirpikliuose, todėl naudojami:

- 1) gautas tirpalas tiesiog išpurškiamas pulverizatoriumi;
- 2) gautas tirpalas paverčiamas aerozoliu ir išsisklaido su išpurškiamomis dujomis ir t.t., arba
- 3) gautas tirpalas su emulgatoriumi paverčiamas į emulsiją, atskiedžiamas vandeniu ir išpurškiamas.

Japonijos patentuose B-58-29761 ir B-60-54928 aprašytas insekticidų naudojimas buityje, kai vandenyje tirpus insekticidas yra išpurškiamas naikinant vabzdžius.

Insekticidiniai preparatai, kurių didesniąją dalį sudaro organiniai tirpikliai, naudojant juos uždaroje patalpoje, yra naudojami taip, kaip nurodyta (1) punkte, be to, jie yra nemalonūs tiems, kurie jais naudojami, bei yra nepageidautini supančiai aplinkai higienos ir apsaugos atžvilgiu. Aerozoliai, turintys užsidegančių dujų, kaip papildymą organiniams tirpikliams, ir nau-

dojami taip, kaip nurodyta (2) punkte, taip pat turi trūkumų, kadangi panaudojimo metu gali užsidegti. Be to, emulsijos, atskiestos vandeniu ir vartojamos pagal (3) punktą, maksimali naudojimo trukmė trunka tik kelias valandas, todėl emulsija praranda naudingąsias savybes, nes susisluoksniuoja ir atsiskiria riebalinis sluoksnis ir negalima ilgesnį laiką išsaugoti jos homogeniškumo. Todėl ši emulsija paprastai naudojama iškart ją atskiedus vandeniu. Be to, gali atsirasti nepolinių tirpiklių, tokių, kaip aromatiniai tirpikliai, žibalai ir t.t., nemalonūs kvapai, kurie, būdami kenksmingi, naudojant veikia apipurškiamą paviršių keisdami jo spalvą į baltą, kadangi šią neigiamą savybę jiems suteikia juose esantis emulsiklis.

15

Žinomi insekticidai, priklausantys soliubilizuotiems vandens pagrindu tipui ir naudojami buityje ir sodininkystėje, kovojant su vabzdžiais kenkėjais, tampa tirpalų nestabilumo priežastimi, nes saugojimo metu keičiasi aplinkos temperatūra ir juose iškrinta nuosėdos. Tokiu būdu, šie insekticidai yra nepatikimi, kai aplinkos temperatūra labai svyruoja, todėl jie nėra ilgaamžiški ir ne visada patenkina poreikius, nors jų kokybė patenkina praktiniam naudojimui keliamus reikalavimus.

25

Pagal šį išradimą sukurtą skaidrią insekticidinę emulsiją sudaro:

30

(A) bent vienas piretroidinis insekticidas, išrinktas iš grupės, kurią sudaro:

3-fenoksibenzilo chrizantematas,

35

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,

- 3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3 -tetra-
metilciklopropankarboksilatas,
- 5 2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
tematas ir
- α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas,
- 10 arba mišinys bent vieno piretroidinio insekticido, iš-
rikto iš grupės, kurią sudaro:
- 3-fenoksibenzilo chrizantematas,
- 15 3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,
- 3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3 -tetrame-
tilciklopropankarboksilatas,
- 20 2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
tematas ir
- α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas ir, bent vienas
piretroidinis insekticidas, išrinktas iš grupės, kurią
sudaro:
- 25 α -ciano-3-fenoksibenzilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropan-
karboksilatas,
- 30 3,4,5,6-tetrahidroftalimidmetilo chrizantematas,
- 3-fenoksibenzil-3-(2,2-dichlorvinil)-2,2-dimetilciklo-
propankarboksilatas ir
- 35 1-etinil-2-metil-2-pentenilo chrizantematas, kaip akty-
vus komponentas,

(B) paviršiaus aktyvi medžiaga, sumaišyta su poliniu tirpikliu, kurią sudaro bent vienas metalo alkilbenzensulfonatas, bent viena nejoninė paviršiaus aktyvi medžiaga, kurios hidrofilinė-lipofilinė pusiausvyra (HLB) yra tarp 10 ir 18 ir bent vienas polinis tirpiklis, ir

(C) vanduo,

ir, be to, (B) sudėties kiekis emulsijoje lygus arba viršija (A) sudėties kiekį 6 masės % arba mažiau.

Šiame išradime aprašyta sumaišyta paviršiaus aktyvi medžiaga, turinti polinį tirpiklį, priklauso tokioms, kurios turi, bent vieną metalo alkilbenzensulfonata, bent vieną nejoninę paviršiaus aktyvią medžiagą, kurios hidrofilinė-lipofilinė pusiausvyra (HLB) yra tarp 10 ir 18, ir bent vieną polinį tirpiklį. Alkilinės grupės anglies atomų skaičius metalo alkilbenzensulfonate nėra apribotas, bet geriausia, kai jis yra tarp 8 ir 13 ir, visų geriausia, kai yra tarp 10 ir 12. Metalų druskų metalo tipas nėra apribotas ir apima, pavyzdžiui, natrij ir kalcij.

Čia naudojamos nejoninės paviršiaus aktyvios medžiagos yra tos, kurios turi nuo 6 iki 40 molekulių etileno oksido. Etileno oksidu papildoma taip, kad šios medžiagos HLB būtų tarp 10 ir 18. Geriausia, kai HLB yra lygus 12-16. Tipiški šios medžiagos pavyzdžiai yra: polioksietilenstirenofenolis, polioksietilenalkilfenilo eteris, polioksietilenalkilo eteris ir kt. Tipiški polinio tirpiklio pavyzdžiai yra: propilenglikolis, butilglikolis, butildiglikolis, izopropilo alkoholis, etanolis, metoksibutanolis ir kt.

35

Metalų alkilbenzensulfonato, nejoninės paviršiaus aktyvios medžiagos ir polinio tirpiklio masių santykis

mišinyje nėra apibrėžtas, bet geriau, kai jis yra 25-40; 40-55; 5-30, o geriausia, kai jis yra 28-37; 43-50; 15-23. Geriausia, kai metalo alkilbenzensulfonato ir nejoninės paviršiaus aktyvios medžiagos masių santykis mišinyje yra tarp 1:2 ir 1:1.

Pagal šią išradimą insekticidinė skaidri emulsija apima anksčiau nurodytą paviršiaus aktyvią medžiagą, sumaišytą su poliniu tirpikliu, kurios masė lygi arba didesne nei piretroidinė insekticido masė. Insekticidas yra aktyvus komponentas ir jo kiekis sudaro emulsijos 6 masės % arba mažiau. Geriausia, kai emulsijoje esančios paviršiaus aktyvios medžiagos, sumaišytos su poliniu tirpikliu, masė yra lygi 3-6 piretroidinio insekticido masėms.

Piretroidinio insekticido, naudojamo šiame išradime, tipiški pavyzdžiai yra: 3-fenoksibenzilo chrizantematas (fenotrinas), 3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas (aletrinas), 3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropankarboksilatas (teraletrinas), 2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizantematas (praletrinas), α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas (cifenotrinas), α -ciano-3-fenoksibenzilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropankarboksilatas (fenpropatrinas), 3,4,5,6-tetrahidroftalimidmetilo chrizantematas (tetrametrinas), 3-fenoksibenzil-3-(2,2-dichlorvinil)-2,2-dimetilciklopropankarboksilatas (permetrinas), 1-etinil-2-metil-2-pentenilo chrizantematas (empentrinas), ir jų izomerai, tokie kaip geometriniai izomerai ir optiniai izomerai.

Pagal šią išradimą insekticidinė skaidri emulsija gali turėti, jei tai būtina, tokią sinergistą, kaip piperonilbutoksidą (toliau žymėsime (PBO), oktachlordipropilo eterį ir t.t., ko pasekoje tikimasi padidinti aktyvumą.

Be to, aktyvaus komponento stabilumas gali išlikti pastovus, pridedant parenkamą antioksidantą (pavyzdžiui, 2,6-di-tretbutil-4-metilfenolį (BHT) 2,2'-metilenbis(4-metil-6-tret-butilfenolį), n-oktadecil3-(3',5'-di-tretbutil-4'-hidroksifenil)-propionatą), druskas (pavyzdžiui, natrio benzoatą, amonio benzoatą) ir t.t. Be to, pagal šią išradimą insekticidinė skaidri emulsija gali neleisti atsirasti vandeniniam pelėsiui į ją pridedant dezinfekuojančių priemonių, tokių kaip Proxel® YXL (gaminama ICI American Inc. firmoje). Ji taip pat gali būti naudojama sodininkystėje kartu su fungicidais.

Pagal šią išradimą insekticidinės skaidrios emulsijos gamybai tinka įprastas koncentrato paruošimas, sumaišant piretroidinį insekticidą, kaip aktyvų komponentą, sumaišytą paviršiaus aktyvią medžiagą su poliniu tirpikliu ir, jei tai būtina, riebaluose tirpius priedus (pavyzdžiui, BHT), ir gautą koncentratą atskiedžiant vandeniu (procesas (A)).

Alternatyviame procese (procesas (B)) koncentratas ruošiamas sumaišant piretroidinį insekticidą, kaip aktyvų komponentą, paviršiaus aktyvią medžiagą, sumaišytą su poliniu tirpikliu, riebaluose tirpius priedus (pavyzdžiui BHT), kuriais papildoma, jei būtina, ir medžiagas, naudojamas koncentrato svorio padidinimui, pavyzdžiui, polinį tirpiklį, vandenį arba abiejų jų mišinį, o po to gautą koncentratą atskiedžiant vandeniu.

Proceso (A) metu koncentratas yra labai klampus, ir jį sveriant, jo kiekį sunku tiksliai reguliuoti. Proceso (B) metu, priešingai, pasverti galima tiksliau.

Pavyzdžiui, kai gaminama insekticidinė skaidri emulsija, turint 0,2 % aletrino ir 0,2 % fenotrino, iš

pradžių koncentratas gaunamas sumaišant 5 masės dalis ir aletrino ir fenotrino, 40 masės dalių sumaišytos paviršiaus aktyvios medžiagos su poliniu tirpikliu, 1 masės dalį BHT ir tam tikrą kiekį propilenglikolio, 5 propilenglikolio/vandens mišinį (1:1 pagal svorį), kurio pakaktų, kad bendra masė prilygtų 100 dalių, o po to 4 koncentrato masės dalys sumaišomos su 96 vandens masės dalimis ir gaunama norima insekticidinė skaidri emulsija.

10

Kai pagal šią išradimą tokiu būdu pagaminta insekticidinė skaidri emulsija naudojama buityje, tikslin-
giausia emulsija užpildyti rankinį pulverizatorių ir
tiesiog apipurkšti judančius vabzdžius (pavyzdžiui,
15 tarakonus), arba įpurkšti į ropojančių vabzdžių slėp-
tuvę. Pagal šią išradimą insekticidinė skaidri emulsija
taip pat yra naudinga naikinant patalines blakes, blu-
sas, utėles ir kt.

20 Insekticidinės skaidrios emulsijos koncentratas, gautas
anksčiau nurodytame procese (B), gali būti naudojamas
ir nepraskiedus vandeniui, kai išpurškiama ypač mažame
tūryje.

25 Pagal šią išradimą insekticidinė skaidri emulsija turi
piretroidinius insekticidus, kaip aktyvius komponentus,
kurių optimalus kiekis yra tarp 0,02 ir 2, o dar ge-
riaiau, jei tarp 0,05 ir 1 masės %.

30 Ši išradimą žymiai smulkiau apibūdina toliau esantys
pavyzdžiai, bet jie neapriboja šio išradimo.

1 pavyzdys

35 Insekticidinės skaidrios emulsijos, kurių sudėtys ap-
rašytos 1 lentelėje, buvo gaminamos panaudojant Hymal
1119, 1141, 1156 arba 1159 (firmos Matsumoto Yushi

Seiyaku Co, Ltd. produktas; kalcio dodecilbenzensulfonato, polioksietilen/stireno fenolio, kurio HLB yra tarp 12 ir 16, ir propilenglikolio mišinys) kaip sumaišyta paviršiaus aktyvi medžiaga su poliniu tirpikliu.

1 Lentelė

Mišinio Nr.	Paviršiaus aktyvi medžiaga mišinyje su poliniu tirpikliu (masės %)	Aktyvusis komponentas (masės %)	Priedai (masės %)
1.	0,8	Tetrametrinas 0,1 d-Fenotrininas 0,1	
2.	0,8	d-Aletrinas 0,1 Permetrininas 0,1	
3.	0,8	Teraletrinas 0,2	
4.	0,8	d-Aletrinas 0,1 d-Fenotrininas 0,1	
5.	1,5	d-Aletrinas 0,25 d-Fenotrininas 0,25	
6.	2,0	d-Aletrinas 0,25 d-Fenotrininas 0,25	
7.	3,0	d-Aletrinas 0,25 d-Fenotrininas 0,25	
8.	3,0	d-Aletrinas 0,5 d-Fenotrininas 0,5	
9.	0,8	d-Fenotrininas 0,2	BHT 0,01
10.	0,8	d-Tetrametrinas 0,1 d-Fenotrininas 0,1	BHT 0,01
11.	0,8	Praletrinas 0,05 PBO 0,15	BHT 0,01
12.	0,8	d-Aletrinas 0,1 Fenpropatrininas 0,1	BHT 0,01

1 Lentelės tęsinys

13.	0,8	d-Aletrinas 0,1 d-Fenotrinis 0,1	BHT 0,01 Propileng-likolis 0,01
14.	0,8	d-Aletrinas 0,1 d-Fenotrinis 0,1	Izopropilo alkoholis 0,01
15.	0,8	d-Aletrinas 0,2	Amonio benzoatas 0,7
16.	0,8	d-Aletrinas 0,1 d-Cifenotrinis 0,1	Amonio benzoatas 0,7
17.	0,8	d-Aletrinas 0,1 d-Fenotrinis 0,1	BHT 0,2 Propilenglikolis 0,98 Proxel GXL 0,1
18.	0,8	d-Cifenotrinis 0,2	
19.	0,8	d-Cifenotrinis 0,02	BHT 0,2
20.	0,35	Praletrinas 0,05	
21.	0,70	Praletrinas 0,1	
22.	0,70	Praletrinas 0,1	BHT 0,01
23.	0,70	Praletrinas 0,1	Proxel GXL 0,2
24.	0,70	Praletrinas 0,05	BHT 0,01 Proxel GXL 0,2
25.	1,40	Praletrinas 0,2	
26.	1,80	Praletrinas 0,1 PBO 0,3	

5 Naudojamas polinis tirpiklis, turintis išmaišytą paviršiaus aktyvią medžiagą.

Nr.	17	Hymal	1119
Nr.	18, 19	Hymal	1141
Nr.	20-25	Hymal	1156
Nr.	26	Hymal	1159

- Iš pradžių 1-8 pavyzdžių sudėtyse kiekvieną gryną ir sumaišytą aktyvius komponentus sumaišydavo su Hymal 1119 santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Po to, kai tirpalo fazė tapdavo homogenine, kad būtų gautos homogeninės ir skaidrios insekticidinės emulsijos, koncentratų skiedavo vandeniui, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija.
- 5
- 10 9-12 pavyzdžių sudėtyse nesumaišytą aktyvųjį komponentą, vieną arba mišinį su PBO, ir kiekvieną sumaišytus aktyvius komponentus sumaišydavo su Hymal 1119 ir BHT santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Po to, kai tirpalo fazė tapdavo homogenine, koncentratą skiedavo vandeniui, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija tam, kad būtų gautos homogeninės ir skaidrios insekticidinės emulsijos.
- 15
- 20 13 pavyzdžio sudėtyje d-aletriną ir d-fenotriną, kaip aktyvius komponentus, Hymal 1119, BHT ir propilenglikolį sumaišydavo santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Po to, kai tirpalo fazė tapdavo homogenine, koncentratą skiedavo vandeniui, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija, kad būtų gauta homogeninė ir skaidri insekticidinė emulsija.
- 25
- 30 14 pavyzdžio sudėtyje tolygią ir skaidrią insekticidinę emulsiją gaudavo taip pat, kaip ir 13 pavyzdžio sudėtyje, išskyrus tai, kad propilenglikolį pakeisdavo izopropilo alkoholiu, ir nepapildydavo BHT.
- 35 15 ir 16 pavyzdžių sudėtyje kiekvieną atskirą aktyvų komponentą ir dviejų aktyvių komponentų mišinį sumaišydavo su Hymal 1119 santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Tokiu būdu bu-

vo gaunami koncentratai, pasižymintys tirpalo fazės homogeniškumu. Po to šie koncentratai buvo skiedžiami vandeniniu 0,7 % amonio benzoato tirpalu, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija, kad būtų gautos homogeninės ir skaidrios insekticidinės emulsijos.

17 pavyzdžio sudėtyje d-aetrino ir d-fenotrino mišinį, kaip aktyvųjį komponentą, Hymal 1119, BHT ir Proxel GXL sumaišydavo santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Po to, kai tirpalo fazė tapdavo homogenine, koncentratą skiedavo vandeniu, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija, kad būtų gautos homogeninė ir skaidri insekticidinė emulsija.

18 ir 19 pavyzdžių sudėtyje nesumaišytą aktyvųjį komponentą d-cifenotriną, Hymal 1141, BHT ir Proxel GXL sumaišydavo santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Po to, kai tirpalo fazė tapdavo homogenine, koncentratą skiedavo vandeniu, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija tam, kad būtų gauta homogeninė ir skaidri insekticidinė emulsija.

20-25 pavyzdžių sudėtyse nesumaišytą aktyvųjį komponentą, praletriną, Hymal 1156, BHT ir Proxel GXL sumaišydavo santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Po to, kai tirpalo fazė tapdavo homogenine, koncentratą skiedavo vandeniu, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija tam, kad būtų gauta homogeninė ir skaidri insekticidinė emulsija.

26 pavyzdžio sudėties praletrino ir PBO mišinys, kaip aktyvųjį komponentą ir Hymal 1159 sumaišydavo santykiu, pateiktu 1 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki

40° C. Po to, kai tirpalo fazė tapdavo homogenine, koncentratą skiesdavo vandeniu, kol buvo gaunama reikiama, pateikta 1 lentelėje, aktyviojo komponento koncentracija, kad būtų gauta homogeninė ir skaidri insekticidinė emulsija.

Sudėčių pavyzdžiai, kuriuose naudojamos paviršiuje aktyvios medžiagos ir kurie yra šiame išradime neaprašyti yra pateikiami 2 lentelėje kaip palyginamieji pavyzdžiai.

A-E pavyzdžiuose su palyginamosiomis sudėtimis nesusimaišytus arba sumaišytus aktyviuosius komponentus ir paviršiaus aktyvias medžiagas, šiame išradime neaprašytas, sumaišydavo santykiais, pateiktais 2 lentelėje, maišant ir šildant apytikriai iki 40° C. Gautus koncentratų skiesdavo vandeniu, kol buvo gaunamos palyginamųjų sudėčių gavimui reikalingos aktyviojo komponento koncentracijos, pateiktos 2 lentelėje.

20

Palygina- mosios sudėties pavyzdys	Paviršiaus aktyvi medžiaga ir kt. (masės %)	Aktyvusis kompo- nentas (masės %)
A	Polioksietileno polipropi- lenglikolio monocleatas (HLB, 18,5) 0,2 Polioksietilenas (10 molių) stirenintas fenolis 0,4	Tetrametrinas 0,1 d-Resmetrinas 0,1
B	Polioksietilenas (40 molių) ricinos aliejus 0,1 Polioksietilenas stirenin- tas fenolis (HLB, 14,0) 0,5	Fenotrinis 0,3
C	Polioksietilenas (10 molių) stirenintas fenolis 0,4 Polioksietileno stearino rūgšties esteris (HLB, 15,6) 0,2	Tetrametrinas 0,1 d-Fenotrinis 0,1
D	Polioksietileno polipropi- lenglikolio monocleatas (HLB, 18,5) 0,5 Polioksietilenas (20 molių) sorbitanmono stearatas 0,5	Tetrametrinas 0,1 d-Resmetrinas 0,1 d-Aletrinas 0,1
E	Polioksietileno polipropi- lenglikolio monocleatas (HLB, 18,5) 0,2 Polioksietilenas (40 molių) ricinos aliejus 0,2	d-Aletrinas 0,2

2 pavyzdys

5

Insekticidines skaidrias emulsijas ir palyginamąsias emulsijas, paruoštas pagal 1 pavyzdį, saugojo šiose skirtingose sąlygose ir stebėjo tirpalo stovį:

10

1) saugodami dvi savaites, esant skirtingoms temperatūroms, 10°C, 25°C ir 40°C, inde arba patalpoje, ten esant pastoviai temperatūrai,

- 2) saugodami dvi savaites, esant -20°C temperatūrai, ir po to stebėdami ramią būseną 24 valandas, esant 25°C temperatūrai, arba po supurtymo. Po to, kai bandomąsias emulsijas išlaikydavo atšiauriose sąlygose, esant $60^{\circ}\text{C} \times 2$ savaites, likusio aktyvaus komponento procentinę dalį išmatuodavo dujų chromatografija žemiau pateiktu būdu.

1 g mėginio papildydavo 10 arba 20 ml tirpalo, esančio acetone santykiu: 0,1 % (masė/tūris) medžiagos pagal vietinius standartus ir mišinį, esant sumažintam slėgiui, koncentruodavo. Po to likutį ištirpindavo 2 ml acetono. Gautą bandomąjį tirpalą analizuodavo kiekybiniu požiūriu, naudojant dujinę chromatografiją, pagal vietinės standartinės medžiagos su liepsnojančiu jonizuojančiu deketroriumi metodą. Matavimo sąlygos buvo tokios:

Kolonėlė: 5 % SE - 30 (100 - 200 mešų).

Dujų nešiklis: azotas (pratekėjimo greitis 50 ml/min.).

Analizuojamasis komponentas	Vietinė standartinė medžiaga	Kolonėlės temperatūra, $^{\circ}\text{C}$	Gazifikavimo kameros temperatūra, $^{\circ}\text{C}$
Tetrametrinas (arba d-tetrametrinas) ir d-fenotrinis	Trifenilmetanas	180°C	230°C
Teraletrinas	Tokia pati	Tokia pati	Tokia pati
d-Aletrinas ir d-fenotrinis	Trifenilfosfatas	220°C	270°C
d-Aletrinas	Tokia pati	Tokia pati	Tokia pati

Analizuojamasis komponentas	Vietinė standartinė medžiaga	Kolonėlės temperatūra, °C	Gazifikavimo kameros temperatūra, °C
d-Aletrinas ir d-cifenotrinas	Tokia pati	Tokia pati	Tokia pati
d-Cifenotrinas	Tokia pati	Tokia pati	Tokia pati
Praletrinas ir PBO	Difenilftalatas	200°C	250°C
Praletrinas	Tokia pati	Tokia pati	Tokia pati
d-Aletrinas ir permetrinas	Trifenilfosfatas *) Difenilfosfatas **)	200°C *) 215°C **)	270°C *) 270°C **)

Pastaba: *) d-Aletrino analizės sąlygos.

**) Permetrino analizės sąlygos.

- 5 Pavyzdžiai pateikti 3 lentelėje. Tirpalo būsenai pažymėti naudojo tokius pažymėjimus:

O: skaidrus;

+: pusiau skaidrus;

- 10 n: neskaidrus (balkšvas drumzlėtumas) arba susidaro nuosėdos.

Pavyz- dys	Pavyzdžių sudėtys, patelktos 1 ir 2 lent.	Pradinio tirpalų būseną	Tirpalų būseną po 2 savaitių						Procentinė aktyvaus komponento likučio dalis po 2 savaičių, esant 60°C (%)	
			10°C	25°C	40°C	20-25°C		60-25°C		
						Rami būseną	Supur- tymas	Rami būseną		Supur- tymas
1	1	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	Tetrametrinas d-Cifenotrininas	92 100	
2	2	0	0	0	0	0	0	d-Aletrinas Permetrininas	98 100	
3	3	0	0	0	0	0	0	Teraletrininas	103	
4	7	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	d-Aletrinas d-Fenotrininas	97 99	
5	8	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	d-Aletrinas d-Fenotrininas	98 100	
6	10	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	d-Tetrametrinas d-Fenotrininas	96 98	
7	11	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	Praletrininas PBO	97 99	
8	13	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	d-Aletrinas d-Fenotrininas	102 101	
9	15	0	0	0	0	0	0	d-Aletrinas	97	
10	16	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	0 0	d-Aletrinas d-Cifenotrininas	97 100	

3 Lentelė tęsinys

3 Lentele tęsinys

Pavyz- dys	Pavyzdžių sudėtys, pateiktos 1 ir 2 lent.	Pradinio tirpalo būsena	Tirpalo būsena po 2 savaitių						Procentinė aktyvaus komponento likučio dalis po 2 savaičių, esant 60°C (%)	
			10°C	25°C	40°C	20-25°C		60-25°C		
						Rami būsena	Supur- tymas	Rami būsena		Supur- tymas
11	17	0	0	0	0	0	0	0	d-Aletrinas	99
		0	0	0	0	0	0	0	d-Fenotrinas	99
12	18	0	0	0	0	0	0	0	d-Cifenotrinas	100
13	19	0	0	0	0	0	0	0	d-Cifenotrinas	100
14	20	0	0	0	0	0	0	0	Praletrinas	98
15	21	0	0	0	0	0	0	0	Praletrinas	98
16	22	0	0	0	0	0	0	0	Praletrinas	99
17	23	0	0	0	0	0	0	0	Praletrinas	100
18	24	0	0	0	0	0	0	0	Praletrinas	97
19	25	0	0	0	0	0	0	0	Praletrinas	98
20	26	0	0	0	0	0	0	0	Praletrinas	100
		0	0	0	0	0	0	0	PBO	98
21	A	+	+	+	+	+	+	+		
22	B	0	+	+	+	+	+	+		
23	C	+	+	+	+	+	+	+		
24	D	0	+	+	+	+	+	+		
25	E	0	+	+	+	+	+	+		

3 pavyzdys

Dvidešimt suaugusių naminių musių (*Musca domestica*), sudarančių grupę (lyčių santykis 1:1), buvo patalpintos į stiklinę 0,34 m³ tūrio kamerą ir apipurškiamos trigeriniu purkštuvu (Canyon CHS-3B; Canyon Co., Ltd. gamyba) nurodytu kiekiu insekticidinės skaidrios emulsijos, pagamintos pagal pavyzdžio sudėtį. Po 20 minučių suskaičiuodavo kritusių vabzdžių, skaičių ir visus vabzdžius surinkdavo į švarų indą. Pripylę vandens ir masalo, indą nešdavo į stebėjimo kambarį ir suskaičiuodavo, kiek per 24 valandas nugaišdavo. Žuvimo laiką KT_{50} skaičiuodavo pagal Blis'o bandymų metodą. Šį bandymą kartodavo nuo trijų iki penkių kartų.

15

Rezultatai pateikti 4 lentelėje.

Pagal šį išradimą insekticidinė skaidri emulsija tirpalo būvyje yra stabili temperatūros kitimo atžvilgiu, o tai yra puiki savybė, nes praktiškai buvo išspręsta jos ilgaamžiškumo problema.

20

4 lentelė

Bandomoji medžiaga		Išpurkš- tas kiekis	Kritusių santykis (% min.)								KT ₅₀ (min.)	Žuvimas (po 24 val.) (%)
Aktyvusis kompo- nentas (tūrio %)	Sumaišyta pavir- šiaus aktyvi medžia- ga su poliniu tir- pikliu (tūrio %)		0,7	1	1,5	2	3	5	7	10		
d-Tetrametrinas	0,2	0,7 g	1	12	30	43	66	84	95	97	2,3	100
d-Fenotrinas	0,2											
d-Tetrametrinas	0,2	1,4 g	9	26	50	65	83	95	98	100	1,6	100
d-Fenotrinas	0,2											
Riebalinė medžia- ga kontrolė ^{a)}	-	0,7ml	7	22	40	45	48	65	81	88	2,7	63
Piretrinas	-	1,4 ml	17	25	37	43	65	80	93	97	2,0	40

a) Riebalinė medžiaga yra kontrolinis pavyzdys ir ji paruošiama gamtinį piretriną ištirpinant tirpiklyje, turinčiame tirpiklį, naudojama Nisseki išpurškimui (žibalas insekticidams; Nippon Sekiyu Kagaku Co., Ltd. gamyba), todėl piretrino buvo 0,1 masei %, perskaičiuotą į gryną aktyvų ingredientą.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Insekticidinė skaidri emulsija, b e s i s k i r i a n-
t i tuo, kad ją sudaro:

5

(A) bent vienas piretroidinis insekticidas, išrinktas
iš grupės, kurią sudaro:

3-fenoksibenzilo chrizantematas,

10

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrame-
tilciklopropankarboksilatas,

2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
tematas ir

15

α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas, arba mišinys
bent vieno piretroidinio insekticido, išrinkto iš
grupės, kurią sudaro:

3-fenoksibenzilo chrizantematas,

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,

20

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetra-
metilciklopropankarboksilatas,

2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
tematas ir

25

α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas ir bent vienas
piretroidinis insekticidas, išrinktas iš grupės, kurią
sudaro:

α -ciano-3-fenoksibenzilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropan-
karboksilatas,

3,4,5,6-tetrahidroftalimidmetilo chrizantematas,

30

3-fenoksibenzil-3-(2,2-dichlorvinil)-2,2-dimetilciklo-
propankarboksilatas ir

1-etinil-2-metil-2-pentenilo chrizantematas, kaip
aktyvūs komponentas,

(B) polinis tirpiklis, sumaišytas su paviršiaus aktyvia medžiaga, kurią sudaro bent vienas metalo alkilbensulfonatas, bent viena nejoninė paviršiaus aktyvi medžiaga, kurios HLB (hidrofilinė-lipofilinė pusiausvyra) yra tarp 10 ir 18 ir bent vienas polinis tirpiklis, ir

(C) vanduo,

be to, (B) sudėties kiekis emulsijoje yra lygus arba didesnis nei (A) sudėties kiekis, bet (B) kiekis neviršija 6 masės %.

2. Insekticidinė skaidri emulsija, b e s i s k i r i a n t i tuo, kad ją sudaro:

(A) bent vienas piretroidinis insekticidas, išrinktas iš grupės, kurią sudaro:

3-fenoksibenzilo chrizantematas,

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas ir

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropankarboksilatas, arba

mišinys bent vieno piretroidinio insekticido, išrinkto iš grupės, kurią sudaro:

3-fenoksibenzilo chrizantematas,

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,

3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropankarboksilatas,

ir bent vienas piretroidinis insekticidas, išrinktas iš grupės, kurią sudaro:

α -ciano-3-fenoksibenzilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropankarboksilatas,

- 3,4,5,6-tetrahidroftalimidmetilo chrizantematas,
3-fenoksibenzil-3-(2,2-dichlorvinil)-2,2-dimetilciklo-
propankarboksilatas ir
1-etinil-2-metil-2-pentenilo chrizantematas,
5 2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
tematas ir
 α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas, kaip aktyvūs
komponentas,
- 10 (B) polinis tirpiklis sumaišytas su paviršiaus aktyvia
medžiaga, kurią sudaro, bent vienas metalo alkil-ben-
zensulfonatas, bent viena nejoninė paviršiaus aktyvi
medžiaga, kurios HLB (hidrofilinė-lipofilinė pusiaus-
vyra) yra tarp 10 ir 18, ir bent vienas polinis tir-
15 piklis, ir
(C) vanduo,
be to, (B) sudėties kiekis emulsijoje yra lygus arba
20 didesnis nei (A) sudėties kiekis, bet (B) kiekis ne-
viršija 6 masės %.
3. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad aktyviuoju komponentu
25 yra, bent vienas piretroidinis insekticidas, išrinktas
iš grupės, kurią sudaro:
3-fenoksibenzilo chrizantematas,
3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,
30 3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrame-
tilciklopropankarboksilatas,
2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
tematas ir
 α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas.

4. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad masių santykis tarp,
bent vieno metalo alkilbenzensulfonato, bent vienos ne-
joninės paviršiaus aktyvios medžiagos, kurios HLB
5 (hidrofilinė-lipofilinė pusiausvyra) yra tarp 10 ir 18,
ir, bent vieno polinio tirpiklio yra 25-40 : 40-55 : 5-30.
5. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad nurodytas metalo
10 alkilbenzensulfonatas yra alkilbenzensulfonato rūgštis
 C_8-C_{13} kalcio arba natrio druska.
6. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad nurodyta nejoninė
15 paviršiaus aktyvi medžiaga yra, bent vienas narys ,
išrinktas iš grupės, kurią sudaro:
- polioksietilenstireno fenolis, polioksietilenalkilfe-
nilo eteris ir polioksietilenalkilo eteris.
- 20 7. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad nurodytas polinis
tirpiklis yra, bent vienas elementas, išrinktas iš gru-
pės, kurią sudaro: propilenglikolis, butilglikolis, bu-
25 tildiglikolis, izopropanolis, etanolis ir metoksibu-
tanolis.
8. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad metalo alkilben-
30 zensulfonatas yra kalcio dodecilbenzensulfonatas.
9. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e -
s i s k i r i a n t i tuo, kad nurodyta nejoninė
paviršiaus aktyvi medžiaga yra polioksietilenstireno
35 fenolis, kurio HLB (lipofilinė-hidrofilinė pusiausvyra)
yra tarp 12 ir 16.

10. Insekticidinė skaidri emulsija pagal 1 punktą, b e-
s i s k i r i a n t i tuo, kad nurodytas polinis
tirpiklis yra propilenglikolis.
- 5 11. Insekticidinės skaidrios emulsijos , kurią sudaro:
- (A) bent vienas piretroidinis insekticidas, kuri iš-
renka iš grupės, kurią sudaro:
- 10 3-fenoksibenzilo chrizantematas,
3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,
3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrame-
tilciklopropankarboksilatas,
2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
15 tematas ir
 α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas, arba mišinys,
bent vieno piretroidinio insekticido, kuri išrenka iš
grupės, kurią sudaro:
- 3-fenoksibenzilo chrizantematas,
- 20 3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo chrizantematas,
3-alil-2-metil-4-oksociklopent-2-enilo 2,2,3,3-tetrame-
tilciklopropankarboksilas,
2-metil-4-okso-3-(2-propinil)ciklopent-2-enilo chrizan-
tematas ir
- 25 α -ciano-3-fenoksibenzilo chrizantematas
ir, bent vienas piretroidinis insekticidas, kuri
išrenka iš grupės, kurią sudaro:
- α -ciano-3-fenoksibenzilo 2,2,3,3-tetrametilciklopropan-
karboksilatas,
- 30 3,4,5,6-tetrahidroftalimidmetilo chrizantematas,
3-fenoksibenzil-3-(2,2-dichlorvinil)-2,2-dimetilciklo-
propankarboksilatas ir

1-etinil-2-metil-2-pentenilo chrizantematas, kaip aktyvus komponentas,

5 (B) polinis tirpiklis, sumaišytas su paviršiaus aktyvia medžiaga, kurią sudaro, bent vienas metalo alkilbensulfonatas, bent viena nejoninė paviršiuje aktyvi medžiaga, kurios HLB (hidrofilinė-lipofilinė pusiausvyra) yra tarp 10 ir 18 ir, bent vienas polinis tirpiklis, ir

10

(C) vanduo,

be to, (B) sudėties kiekis emulsijoje yra lygus arba didesnis nei (A) sudėties kiekis, bet (B) kiekis neviršija 6 masės %, gavimo būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad sumaišo piretroidinį insekticidą, kaip aktyvų komponentą, sumaišytą paviršiaus aktyvią medžiagą su poliniu tirpikliu, ir, jei tai būtina, riebaluose tirpius priedus, ir gautą koncentratą atskiedžia vandeniu, arba sumaišo piretroidinį insekticidą, kaip aktyvų komponentą, sumaišytą paviršiaus aktyvią medžiagą su poliniu tirpikliu, riebaluose tirpius priedus, kuriais papildoma, jei būtina, ir medžiagą, naudojamą koncentrato svorio padidinimui, pavyzdžiui, polinį tirpiklį, vandenį arba abiejų mišinį, ir gautą mišinį atskiedžia vandeniu.

30