



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1039436** **A**

350 В 01 J 13/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

**РЛФК**

К ПАТЕНТУ

(21) 2896355/23-05

(22) 25.03.80

(31) 023566

(32) 26.03.79

(33) США

(46) 30.08.83, Бюл. № 32

(72) Джордж Бернард Бистмен и Джон  
Майлей Деминг (США)

(71) Монсанто Компани (США)

(53) 678.024(088.8)

(56) 1. Патент Великобритании  
№ 1371179, кл. В 8 С, опублик. 1974.

2. Патент США № 3577515,  
кл. 424-32, опублик. 1971 (прототип).

(54) (57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРО-  
КАПСУЛ диспергированием в водной фа-  
зе, содержащей эмульгатор, органической  
фазы из полиметиленаполифенилизоцианата

и вещества, не смешивающегося с водой,  
при температуре от комнатной до 70°C,  
добавлением полифункционального ами-  
на, выбранного из группы 1,6-гексаме-  
тилендиамина, бис-гексаметилен-  
триамина, диэтилентриамин, триэтиламинтетрамин,  
тетраэтиленпентамин, пентаметиленгекса-  
мин, отличающийся тем, что,  
с целью предотвращения агломерации,  
снижения проницаемости и увеличения  
выхода микрокапсул, используют 30,5-  
52,2% от веса компонентов обеих фаз  
вещества, не смешивающегося с водой,  
в качестве эмульгатора - 0,8-1,7%  
лигнинсульфоната натрия, калия, кальция  
или магния, при содержании полиметилена-  
полифенилизоцианата и полифункционально-  
го амина 1,6-9,2% и 1,8-9,9% соот-  
ветственно.

050 **SU** (11) **1039436** **A**

Изобретение относится к получению микрокапсул, которые находят широкое применение для капсулирования различных жидкостей, не смешивающихся с водой, например красителей, чернил, химических реагентов, фармацевтических препаратов, вкусовых веществ, пестицидов, гербицидов и т.п.

Известен способ получения микрокапсул, заключающийся в диспергировании органической пестицидной фазы, содержащей полиметилениполифенилизоцианатный или толуолдиизоцианатный мономер, в водной фазе, причем процесс пленкообразования инициируется нагреванием до повышенной температуры, при которой на границе раздела фаз гидролизуются изоцианатные мономеры с образованием аминов, которые, в свою очередь, реагируют с негидролизованнми изоцианатными мономерами с образованием полимочевинной стенки микрокапсулы [1].

Недостаток указанного способа - возможность продолжения реакции мономеров после упаковки. Хотя реакция мономеров количественна, гидролиз изоцианатных мономеров может идти еще дальше с выделением  $\text{CO}_2$ , проявляющийся в повышенном давлении в упакованном препарате.

Наиболее близким к предлагаемому является способ получения микрокапсул диспергированием в водной фазе, содержащей эмульгатор (поливиниловый спирт), органической фазы из полиметилениполифенилизоцианата и вещества, не смешивающегося с водой, при температуре от комнатной до  $70^\circ\text{C}$ , добавлением полифункционального амина, выбранного из группы 1,6-гексаметилендиамина, дис-гексаметилентриамина, диэтилентриамина, триэтиламинтетрамина, тетраэтиленпентамина, пентаметилентексамина [2].

Однако попытки капсулирования таким образом высоких концентраций веществ, не смешивающихся с водой, например гербицидов на основе ацетанилида и тиокарбамата (480-600 г/л), дают неудовлетворительные результаты из-за спекания или затвердевания готовых суспензий, неполного капсулирования гербицидного вещества, проникновения небольших количеств гербицидов через полимерные стенки капсул.

Цель изобретения - предотвращение агломерации, снижение проницаемости и увеличение выхода микрокапсул.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения микрокапсул диспергированием в водной фазе, содержащей эмульгатор, органической фазы из полиметилениполифенилизоцианата и вещества, не смешивающегося с водой, при температуре от комнатной до  $70^\circ\text{C}$ , добавлением полифункционального амина, выбранного из группы 1,6-гексаметилендиамина, дис-гексаметилентриамина, диэтилентриамина, триэтиламинтетрамина, тетраэтиленпентамина, пентаметилентексамина, используют 30,5-52,2% от веса компонентов обеих фаз вещества, не смешивающегося с водой, в качестве эмульгатора - 0,8-1,7% лигнинсульфоната натрия, калия, кальция или магния, при содержании полиметилениполифенилизоцианата и полифункционального амина 1,6-9,2% и 1,8-9,9 соответственно.

Пример 1. Исходные данные следующие:

	%	г
96%-ный технический триаллат	30,5	200,0
РАР1-135 <sup>К</sup>	2,7	13,9
40%-ный ГМДА	3,0	15,1
Реах 88 В <sup>К</sup>	0,8	4,0
Сульфат аммония	26,1	132,0
Вода	27,9	141,3

200 г технического триаллата, содержащего 13,9 г полиметилени-фенилизоцианата марки РАР1 - 135<sup>К</sup>, эмульгируют в 141,3 г воды, содержащей 4,0 г лигнинсульфоната натрия марки Реах 88 В<sup>К</sup>, причем технический триаллат и РАР1 - 135<sup>К</sup> выдерживают при  $50^\circ\text{C}$ , а температура водного раствора, содержащего лигнинсульфонатный эмульгатор, составляет  $50^\circ\text{C}$ .

Эмульгирование осуществляют с помощью смесителя Вэринга при высокой скорости сдвига. К эмульсии, уменьшая скорость сдвига, добавляют 15,1 г 40%-ного 1,6-гексаметилендиамина (ГМДА). Через 20 мин добавляют еще 132,0 г сульфата аммония, после чего препарат разливают по бутылкам. Диаметр получаемых микрокапсул колеблется в пределах 1 - 10 мк. Получаемый препарат содержит 500 г капсулированного технического триаллата на литр водного раствора. Через определенный срок времени не наблюдается ни агломерации, ни образования кристаллов.

Пример 2. Исходные компоненты следующие:

91%-ный технический алахлор	49,2	200,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	15,0
35%-ный ГМДА	4,9	20,0
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,9	3,8
Вода	41,3	168,0

200 г. технического алахлора, выдерживаемого при 50°C и содержащего 15,0 г PAP1<sup>R</sup>, выливают в 168,0 г воды, содержащей 3,8 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 В<sup>R</sup> в качестве эмульгатора, при высокой скорости сдвига, вследствие чего температура внутри сосуда повышается до 60°C. Затем к эмульсии добавляют 20 г 35%-ного ГМДА, однократно сокращая скорость сдвига. Получаемый препарат содержит 527 г капсулированного технического алахлора на литр водного раствора. Диаметр получаемых микрокапсул составляет 1-10 мк. Образующийся примерно 20%-ный жидкий слой перевешивают мягким взбалтыванием.

Пример 3. Исходные компоненты следующие:

91%-ный технический алахлор	49,0	200,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	15,0
40%-ный ГМДА	4,0	16,5
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,9	3,8
Вода	38,2	155,9
Этиленгликоль	4,2	17,1

200 г. технического алахлора, содержащего 15,0 г PAP1<sup>R</sup>, эмульгируют в 155,9 г воды, содержащей 3,8 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 В<sup>R</sup>, причем технический алахлор и PAP1<sup>R</sup> выдерживают при 50°C, а водный раствор, содержащий лигнинсульфонатный эмульгатор-при температуре около комнатной. Эмульгирование осуществляют при высокой скорости сдвига. К эмульсии, уменьшая скорость сдвига, добавляют 17,1 г этиленгликоля, после чего препарат разливают по бутылкам. Оседаящий со временем слой полностью перевешивают мягким размешиванием.

При протирании препарата через сито в 325 меш (размер отверстий 45 мк) на сите остается только незначительное количество частиц величиной более 45 мк. С течением времени не происходят агломерации или же образования кристаллов гербицида.

Пример 4. Исходные компоненты следующие:

96,6%-ный технический пропахлор	46,4	100,0
---------------------------------	------	-------

PAP1 <sup>R</sup>	3,5	7,5
35,8%-ный ГМДА	4,3	9,3
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,9	2,0
Вода	44,9	96,6

Исходные материалы и сосуды смеси-теля Вэринга выдерживают при 70°C.

100,0 г 96,6%-ного технического пропахлора, содержащего 7,5 г PAP1<sup>R</sup>, эмульгируют в 96,6 г воды, содержащей 2,0 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 В<sup>R</sup>, с использованием смесителя Вэринга, работающего с высокой скоростью сдвига. К эмульсии добавляют 9,3 г 35,8%-ного ГМДА, уменьшая при этом скорость сдвига смесителя. Получают капсулы диаметром 1 - 60 мк, причем диаметр большинства из них составляет 1-20 мк.

Пример 5. Исходные компоненты следующие:

90%-ный технический бутахлор	50,8	100,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,8	7,5
35,8%-ный ГМДА	4,7	9,3
Reax 88 В <sup>R</sup>	1,0	2,0
Вода	39,7	77,9

100,0 г технического бутахлора (90%-ного), содержащего 7,5 г PAP1<sup>R</sup> и выдерживаемого при комнатной температуре, эмульгируют в 152,4 г воды, содержащей 2,0 г лигнинсульфоната натрия марки Reax 88 В<sup>R</sup>, при высокой скорости сдвига смесителя. К эмульсии добавляют 9,3 г 35,8%-ного ГМДА, уменьшая при этом скорость сдвига смесителя. Получают частицы, имеющие сферическую или неправильную форму, диаметром 1 - 30 мк, причем диаметр большинства из них составляет 1-20 мк.

Пример 6. Исходные компоненты следующие:

90%-ный технический алахлор	49,4	200,0
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	15,0
40%-ный ГМДА	4,1	16,7
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,9	3,8
Вода	37,7	152,4
Этиленгликоль	4,2	17,1

Работают согласно примеру 2 за исключением того, что сосуд помещают в ледяную баню, поэтому температура не превышает 50°C. В течение 20 мин поддерживают высокую скорость сдвига, после чего добавляют 17,1 г этиленгликоля. Затем разливают препарат по бутылкам. Диаметр почти всех частиц составляет менее 45 мк, только очень незначительное количество продукта ос-

тается на сите в 325 меш (максимальные размеры отверстий 45 мк).

Пример 7. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
93%-ный технический алахлор	45,5	200	5
PAP1-135 <sup>R</sup>	3,2	13,9	
70%-ный БГМТА	3,4	15,1	
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	4,0	10
NaCl	9,3	41,0	
Вода	37,7	166,1	
200,0 г технического алахлора, содержащего 13,9 г PAP1-135 <sup>R</sup> , эмульгируют в 166,1 г воды, содержащей 4,0 г лигнинсульфоната натрия Reax 88 B <sup>R</sup> , причем все компоненты выдерживают при 50°C. Эмульгирование осуществляют с помощью смесителя Вэринга, работающего с высокой скоростью сдвига. К эмульсии добавляют 15,1 г 70%-ного бис-гексаметилентриамина (БГМТА), уменьшая при этом скорость сдвига смесителя. Через 20 мин добавляют 41,0 г хлорида натрия и разливают препарат по бутылкам. Получаемые микрокапсулы большей частью имеют сферическую форму, только определенное количество из них неправильной формы. Диаметр частиц 1-15 мк, причем диаметр большинства из них 1-10 мк.			

Пример 8. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
90%-ный технический алахлор	47,8	200,0	30
Мондур MR <sup>R</sup>	3,6	15,0	
ГМДА (40%-ный)	4,0	16,7	
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	3,8	
Вода	39,6	165,4	35
Этиленгликоль	4,1	17,1	
200,0 г 90%-ного технического алахлора, содержащего 15,0 г полиметилениполифенилизонантата марки Мондур MR <sup>R</sup> при 50°C, эмульгируют в 165,4 г воды, содержащей 3,8 г Reax 88 B <sup>R</sup> (при комнатной температуре). Эмульгирование осуществляют при высокой скорости сдвига. К эмульсии добавляют 16,7 г 40%-ного ГМДА, одновременно сокращая скорость сдвига и обеспечивая мягкое размешивание. Через 20 мин добавляют еще этиленгликоль. Получаемые частицы имеют неправильную форму. Их диаметр составляет 1-20 мк, в большинстве случаев 1-10 мк.			

Пример 9. Исходные компоненты следующие:

	%	г
90%-ный технический алахлор	49,4	45,4
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	3,4
ГМДА (40%-ный)	4,4	4,1
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	0,9
Вода	37,4	34,3
Этиленгликоль	4,2	3,9

В барабан емкостью 208 л помещают 45,4 кг 90%-ного технического алахлора при 60°C и растворяют в нем 3,4 кг PAP1<sup>R</sup>. Затем, не размешивая смесь, добавляют 34,3 кг воды, содержащей 0,9 кг Reax 88 B<sup>R</sup>. После этого эмульгируют, размешивая смесь с помощью указанного гомогенизатора. К эмульсии добавляют затем 4,1 кг 40%-ного ГМДА. Через 20 мин добавляют 3,9 г этиленгликоля и препарат расфасовывают в однолитровых контейнерах. Получаемые микрокапсулы большей частью имеют сферическую форму и только незначительное количество из них неправильной формы. Диаметр частиц составляет 1-60 мк, в большинстве случаев 1-20 мк.

Пример 10. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
90%-ный технический алахлор	46,8	200,0	30
PAP1 135 <sup>R</sup>	1,6	7,0	
ГМДА (40%-ный)	1,8	7,6	
Reax 88 B <sup>R</sup>	0,9	3,8	
Вода	39,6	169,0	35
Хлорид натрия	9,3	39,7	
Исходные вещества, кроме хлористого натрия и 40%-ного ГМДА, выдерживают при 50°C. 200 г 90%-ного технического алахлора, содержащего 7,0 г PAP1-135 <sup>R</sup> , эмульгируют в 169 г воды, содержащей 3,8 г Reax 88 B <sup>R</sup> , с использованием смесителя Вэринга, работающего с высокой скоростью сдвига. При одновременном снижении скорости сдвига, обеспечивающем мягкое размешивание эмульсии, к последней добавляют 7,7 г 40%-ного ГМДА. Через 20 мин с целью удавления плотности водной фазы и плотности взвешенных микрокапсул добавляют 39,7 г хлористого натрия. Получают микрокапсулы, имеющие сферическую или неправильную форму и диаметр в пределах 1-20 мк, причем диаметр определенного количества частиц достигает 80 мк. Пример 10 повторяют с применением диэтилентриамина, триэтилентетрамина и пентаметилентексамина как таковых или в сочетании с 1,6-			

гексаметилендиамином. В табл. 1 приведены комбинации аминов, их концентрации и количество добавочной воды.

Т а б л и ц а 1

40%-ный 1,6-гексаметилендиамин, г	Диэтилен-триамин, г	Вода, г
1	2	3

16,4	0,1	0
15,8	0,22	0,7
15,0	0,43	1,3
12,5	1,1	3,1
8,4	2,2	6,1
0	4,3	13,4

Триэтилендиаминтетрамин

16,4	0,1	0
15,8	0,24	0,7
15,0	0,48	1,2
12,5	1,2	3
8,4	2,4	5,9
0	4,8	13,5

Продолжение табл. 1

1	2	3
---	---	---

Тетраэтиленпентамин

16,4	0,1	0
15,8	0,26	0,6
15,0	0,52	1,2
12,5	1,3	2,9
8,4	2,6	5,7
0	5,2	11,5

Пентаметиленгексамин

16,4	0,1	0
15,8	0,28	0,7
15,0	0,55	1,2
12,5	1,4	2,8
8,4	2,8	5,5
0	5,5	11,1

Пример 11. Микрокапсулы получают аналогично примеру 10 за исключением того, что количество РАР1<sup>Р</sup> и 40%-ного ГМДА изменяют так, чтобы доля оболочки в пересчете на количество капсулированного гербицида составляла 6-30%. Для получения микрокапсулы с 30% долей оболочки используют 41,7 г (9,2%) РАР1<sup>Р</sup> и 45,3 г (9,9%) амина.

Т а б л и ц а 2

Компоненты	Содержание, г, в % доли оболочки									
	6	7	8	9	10	11	12	15	20	30
РАР1 <sup>Р</sup>	8,3	9,8	11,2	12,5	13,9	15,3	16,7	20,9	27,8	41,7
ГМДА (40%-ный)	9,1	10,6	12,1	13,6	15,0	16,6	18,2	22,8	30,0	45,3
H <sub>2</sub> O	166,6	164,0	161,5	159,0	156,7	154,2	151,4	142,8	132,1	125,4

Пример 12. Исходные компоненты следующие:

	%	г
Монохлорбензол	52,2	200,0
РАР1 <sup>Р</sup>	3,6	13,9
ГМДА (40%-ный)	3,9	15,1

Резак 88 В<sup>Р</sup> 1,0 4,0  
Вода 39,3 150,0

Этот пример иллюстрирует капсулирование органического растворителя. Последовательность добавления отдельных компонентов соответствует примеру 1,

причем все стадии осуществляют при комнатной температуре. С помощью смесителя Вэринга устанавливают среднюю скорость сдвига с понижением последней до мягкого размешивания после добавления диамин. Диаметр получаемых микрокапсул составляет 1-15 мк.

Пример 13. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
93%-ный алахлор	33,8	1351,4	10
95%-ный метрибузин	11,0	440,6	
РАР1-135 <sup>Р</sup>	3,1	124,6	
ГМДА (40%-ный)	3,4	135,3	15
Реах 88 В <sup>Р</sup>	0,9	35,8	
NaCl	11,3	452,7	
Вода	36,5	1459,6	
Раствор 1351,4 г алахлора, 440,6 метрибузина и 124,6 г РАР1-135, выдерживаемых при 50°С, эмульгируют в 1459,6 г воды, содержащей 35,8 г лигнинсульфоната натрия марки Реах 88 В. Эмульгирование осуществляют с помощью гомогенизатора в квадратном сосуде. Затем к эмульсии добавляют 135,3 г 40%-ного ГМДА и сразу прекращают размешивание. Через 10 мин 452,7 г хлористого натрия растворяют в суспензии, которую затем разливают по бутылкам. Диаметр получаемых сферических микрокапсул составляет 1-10 мк.			

Пример 14. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
93%-ный алахлор	32,0	1254,4	35
92%-ный линурон	12,0	469,2	
РАР1-135 <sup>Р</sup>	3,1	119,8	
ГМДА (40%-ный)	3,3	130,1	
Реах 88 В <sup>Р</sup>	0,9	34,5	40
NaCl	11,8	460,0	
Вода	36,9	1446,4	

Работают по примеру 12. Диаметр получаемых микрокапсул составляет 1-10 мк.

Пример 15. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
98,5%-ный паратион	38,8	200,0	45
РАР1-135 <sup>Р</sup>	2,7	13,9	
ГМДА (40%-ный)	2,9	15,1	50
Реах 88 В <sup>Р</sup>	1,7	8,6	
NaNO <sub>3</sub>	17,7	91,1	
Вода	36,2	187,0	

Раствор 13,9 г РАР1-135<sup>Р</sup> в 200,0 г паратиона эмульгируют в 187,0 г воды, содержащей 8,6 г Реах 88 В<sup>Р</sup>, причем все компоненты выдерживают при 50°С. Эмульгирование осуществляют с помощью

смесителя Вэринга, пользуясь гомогенизатором типа Polytron PT 1020 с целью обеспечения соответствующей скорости сдвига. Затем к эмульсии добавляют 15,1 г 40%-ного ГМДА, после чего прекращают размешивание. Через 5 мин, пользуясь смесителем с целью обеспечения мягкого размешивания, в суспензии растворяют 91,1 г NaNO<sub>3</sub>. Диаметр получаемых сферических микрокапсул составляет 1-10 мк.

Пример 16. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
2-трет-бутил-2-хлор-N-метоксиметил-6-метилацетанилид (93%)	45,75	304,00	15
РАР1-135 <sup>Р</sup>	3,20	21,22	
ГМДА (43,26%)	3,20	21,22	
Реах 88 В <sup>Р</sup>	0,98	6,50	20
Вода	38,77	257,66	
NaCl	8,11	53,92	

В этом примере температуру реакции выдерживают при 50°С. 304,0 г ацетанилидного гербицида (93% технического вещества), содержащего 21,22 г РАР1-135<sup>Р</sup>, эмульгируют в 257,66 г воды, содержащей 6,50 г Реах 88 В<sup>Р</sup> (лигнинсульфоната натрия). Через 20 с после образования эмульсии одновременно с прекращением размешивания добавляют 21,22 г ГМДА. Через 5 мин добавляют 53,92 г NaCl и растворяют со скоростью сдвига смесителя Вэринга. Получают сферические частицы диаметром 4-10 мк. Препарат является стабильным во временном отношении.

Пример 17. Исходные компоненты следующие:

	%	г	
2-хлор-N-(этоксиметил)-6-этил-ацеттолуид (95,3%)	44,98	303,00	35
РАР1-135 <sup>Р</sup>	3,14	21,15	
ГМДА (43,26%)	3,14	21,15	
Реах 88 В <sup>Р</sup>	0,96	6,48	40
Вода	39,89	268,71	
NaCl	7,88	53,12	

Все реакционные условия соответствуют примеру 16 за исключением того, что все реагенты применяют при комнатной температуре. Диаметр большинства одинаково сферических микрокапсул составляет 4-10 мк. Препарат является стабильным.

Пример 18. Исходные компоненты следующие:

1-1-циклогексен- -1-ил-3-(2-фтор- фенил)-1-метилмо- чевина (95%)	%	
РАР1-135 <sup>R</sup>	44,03	304,00
ГМДА (43,26%)	3,07	21,22
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,94	6,50
Вода	39,14	270,24
NaCl	9,74	67,24

Реакционные данные соответствуют  
примеру 16. Диаметр большинства микро-  
капсул составляет 4-15 мк. Препарат  
является стабильным.

Пример 19. Исходные компо-  
ненты следующие:

5-тиазолкарбо- новая кислота, 2-хлор-4-(три- фторметилловый) (фенилметилловый) эфир (98%)	%	г
РАР1-135 <sup>R</sup>	39,08	30,400
ГМДА (43,26%)	2,73	21,22
Reax 88 В <sup>R</sup>	2,73	21,22
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,84	6,50
Вода	41,49	322,77
NaCl	13,14	102,20

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16 за исключением того, что  
исходные компоненты применяют при 60°C.  
Диаметр большинства сферических микро-  
капсул составляет 4-10 мк. Препарат  
является стабильным.

Пример 20. Исходные компо-  
ненты следующие:

α-хлор-N-(2-мето- кси-6-метилфенил)- -N-((1-метилэтокси- метил)ацетамид (93%)	%	г
РАР1-135 <sup>R</sup>	51,53	2063,00
ГМДА (40,0%)	3,58	143,4
Reax 88 В <sup>R</sup>	3,89	155,8
Reax 88 В <sup>R</sup>	1,03	41,3
Вода	39,00	1561,2
NaCl	0,96	38,5

Величина сферических микрокапсул  
составляет 1-10 мк. Препарат является  
стабильным.

Пример 21. Исходные компо-  
ненты следующие:

α-хлор-N-(этокси- метил)-N-(2-метил- -6-)трифторметил (фенил)-ацета- мид (92,4%)	%	г
РАР1-135 <sup>R</sup>	42,58	266,66
ГМДА (43,26%)	2,97	18,61
Reax 88 В <sup>R</sup>	2,97	18,61
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,85	5,33
Вода	37,97	237,73
NaCl	12,65	79,24

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16. Диаметр сферических микро-  
капсул составляет 4-10 мк. Препарат  
является стабильным.

Пример 22. Исходные компо-  
ненты следующие:

α-хлор-N-метил- -(2-метил-6-)3- метилбутоксифе- нил)ацетамид (92,5%)	%	г
РАР1-135 <sup>R</sup>	46,83	222,50
ГМДА (43,26%)	3,27	15,53
Reax 88 В <sup>R</sup>	3,27	15,53
Reax 88 В <sup>R</sup>	1,00	4,76
Вода	39,02	185,40
NaCl	6,60	31,38

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16 за исключением того, что  
все реагенты используют при комнатной  
температуре. Диаметр большинства сфе-  
рических микрокапсул составляет 4-10 мк.  
Препарат является стабильным.

Пример 23. Исходные компо-  
ненты следующие:

N-хлор-N-метил- N-(2-метил-6-про- поксифенил)ацета- мид (96,2%)	%	г
РАР1-135 <sup>R</sup>	44,11	225,0
ГМДА (43,26%)	3,08	15,71
Reax 88 В <sup>R</sup>	3,08	15,71
Reax 88 В <sup>R</sup>	0,94	4,81
Вода	40,14	204,74
NaCl	8,65	44,12

Все реакционные условия соответству-  
ют примеру 16. Диаметр большинства  
сферических микрокапсул составля-  
ет 4-10 мк. Препарат является стабиль-  
ным.

Пример 24. Исходные компо-  
ненты следующие:

N-(2-бутоксифе- нил)-α- -хлор-N-метил/ ацетамид (92,2%)	%	г
РАР1-135 <sup>R</sup>	47,93	225,00
Reax 88 В <sup>R</sup>	3,35	15,71
Reax 88 В <sup>R</sup>	1,02	4,81
ГМДА (43,26%)	3,35	15,71
Вода	39,31	184,54
NaCl	5,04	23,68

Реакционные условия соответствуют  
примеру 16 за исключением того, что  
все компоненты используют при комнат-  
ной температуре. Диаметр большинства  
сферических микрокапсул составляет  
4-10 мк. Препарат является стабильным.

Пример 25. Исходные компо-  
ненты следующие:

Изобутиловый эфир(2,4-дихлор- фенокси)-уксусной кислоты (76,4%)	50,96	200,00	
PAP1-135 <sup>R</sup>	3,56	13,96	5
ГМДА (43,26%)	3,56	13,96	
Reax 88 B <sup>R</sup>	1,09	4,28	
Вода	29,04	113,96	
NaCl	10,72	42,08	
CaCl <sub>2</sub>	1,07	4,21	10
Пример 26. Исходные компо- ненты следующие:			
Алахлор (92,4%)	30,22	120,88	
Проплахлор (95,0%)	14,70	58,80	
PAP1-135 <sup>R</sup>	3,10	12,40	15
ГМДА (43,26%)	3,10	12,40	
Reax 88 B <sup>R</sup>	1,00	4,00	
Вода	38,58	154,32	
NaCl	9,30	37,20	
Условия способа те же самые, что и в примере 16. После добавки амина скорость сдвига снижают. Исходные материалы используют при 60°C. Препар- ат является стабильным.			
Пример 27. Исходные компо- ненты следующие:			
Алахлор (92,4%)	17,40	70,47	25
Проплахлор (95,0%)	28,25	114,41	
Ксилен	6,20	25,11	
PAP1-135 <sup>R</sup>	3,61	14,58	30
ГМДА (43,26%)	3,61	14,58	
Reax 88 B <sup>R</sup>	1,00	4,05	
Вода	33,73	136,61	
NaCl	6,20	25,11	
Все условия аналогичны примеру 25. Препарат является стабильным. Невозмож- но было обнаружить запаха растворителя.			
Пример 28. Исходные компо- ненты следующие:			
Алахлор техниче- ский (91%)	49,0	100,0	40
PAP1 <sup>R</sup>	3,7	15,0	
ГМДА (40%)	4,0	16,5	
Reax C-21	0,9	3,8	45
Вода	38,2	155,9	
Этиленгликоль	4,2	17,1	
Этот пример проводят в соответствии с примером 3, Reax C-21 - эмульгатор на основе кальцийлигносульфоната.			
Пример 29. Исходные компо- ненты следующие:			
Монохлорбензол	52,2	209,0	50
PAP1 <sup>R</sup>	3,6	13,9	55
ГМДА (40%)	3,9	15,1	
Reax C-21 <sup>R</sup>	1,0	4,0	
Вода	39,3	150,0	

Порядок добавления ингредиентов не  
отличается от такового примера 1. Все  
ступени могут проводиться при комнат-  
ной температуре. Размеры частиц получае-  
мых микрокапсул колеблются в преде-  
лах 1-15 мк в диаметре.

Пример 30. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
2-трет-Бутил- -2-хлор-Н-метокси- -метил-6'-метилацет- анилид (93%)	45,75	304,00
PAP1-135 <sup>R</sup>	3,20	21,22
ГМДА (43,26%)	3,20	21,22
Treax LTS	0,98	6,50
Вода	38,77	257,66
Хлористый нат- рий	8,11	53,92

В этом примере температуру реак-  
ции следует поддерживать в преде-  
лах 48-50°C. 304,0 г ацетанилидного  
гербицида (93% технического материа-  
ла), содержащего 21,22 г PAP1-135<sup>R</sup>,  
эмульгируют в 257,66 г воды, содер-  
жащей 6,50 г Treax LTS - калийлигно-  
сульфоната. Через 20 с после образо-  
вания эмульсии добавляют 21,22 г ГМДА,  
одновременно снимая сдвиг. Через 5 мин  
добавляют 53,92 г хлористого натрия  
и растворяют с применением смесителя  
Варинга за счет действия сдвига. Обра-  
зуются сферические частицы диамет-  
ром 4 - 10 мк.

Пример 31. Исходные компо-  
ненты следующие:

	%	г
1-(1-Циклогек- сен-1-ил)-3- -(2-фторфенил)- -2-метилмоче- вина (95%)	44,03	304,00
PAP1-135 <sup>R</sup>	3,07	21,22
ГМДА (43,26%)	3,07	21,22
Treax LTS	0,94	6,50
Вода	39,14	270,24
Хлористый нат- рий	9,74	67,24

Реакционные условия должны соответ-  
ствовать условиям примера 30 за исклю-  
чением того, что все реактивы выдержи-  
ваются при комнатной температуре. Раз-  
меры микрокапсул колеблются в преде-  
лах 4-15 мк по диаметру. Treax LTS -  
эмульгатор на основе магнийлигносульфо-  
ната.

Пример 32. Исходные компо-  
ненты следующие:



15	1039436	16
Алахлор (92,4%) 17,40	70,47	ПВС 0,5%-ный (гельватоль 20-90), г 149,8 (в смешительной чашке)
Пропахлор (98,0%) 28,25	114,41	
Ксилол 6,20	25,11	
РАР1-135 <sup>R</sup> 3,61	14,58	
ГМДА (43,26%) 3,61	14,58	5
Реох С-21 1,00	4,05	Алахлор технический (90%), г 200,0
Вода 33,73	136,61	РАР1 <sup>R</sup> , г 13,9 (первое добавление)
Хлористый натрий 6,20	25,11	
Этот пример проводят в соответствии со способом, описанным в примере 3, за исключением того, что реакцию ведут при 55-60°C.		10 Этилендиамин, г 6,2
Пример 33. Исходные компоненты следующие:		Диэтилентриамин, г 6,2 (второе добавление)
Алахлор (93,0%) 45,30	200,00	Вода, г 10,0
РАР1-135 <sup>R</sup> 3,16	13,95	15 Этиленгликоль, г 17,1 (третье добавление)
ГМДА (43,26%) 3,16	13,95	
Реох С-21 0,97	4,28	После добавления аминов, т.е. после второго добавления, эмульсия загустевает, и смешительный сосуд надо встряхивать с целью поддержания равномерности смешения. Через 24 ч водная микрокапсульная масса настолько густа, что не льется. Под микроскопом обнаруживают некоторое количество сферических капсул с диаметром от 1 до 10 мк, причем большинство капсул имеют иррегулярную форму. Наблюдается наличие полимерных остатков с ассоциированными с ними кристаллами алахлора.
Вода 38,49	169,93	20
Хлористый натрий 8,10	35,76	25
Хлористый кальций 0,81	3,58	30
Условия ведения реакции идентичны условиям примера 32.		Пример 36 (сравнительный). 0,5%-ный гельватоль 20-90, г 152,0 (в смешительной чашке)
Пример 34 (сравнительный). В качестве эмульгатора используют поливиниловый спирт.		
ПВС 05%-ный (гельватоль 20-90), г 126,7 (в смешительной чашке)		35
Алахлор технический (90%), г 200,0		Монохлорбензол, г 200,0 (первое добавление)
РАР1 <sup>R</sup> , г 40,0 (первое добавление)		РАР1 <sup>R</sup> , г 13,0
Этилендиамин, г 18,1		Гексаметилендиамин (40) 15,1 (второе добавление)
Диэтилентриамин, г 18,1 (второе добавление)		
Повышение концентрации алахлора дает очень густую эмульсию или дисперсию после первого добавления. После второго добавления, т.е. после добавления диамина, смесь сразу же затвердевает, масса становится очень горячей, капсулы не образуются.		45
Пример 35 (сравнительный). Этот пример осуществляют аналогично примеру 34 за исключением того, что компоненты покрывной оболочки, т.е. РАР1 и амины, сокращают по количеству, получая 10%-ную покрывную оболочку относительно капсулируемого гербицида.		50
		Эмульсия легко образуется, во время добавления диамина изменений не происходит, образуется однообразная тонкая жидкость. Через 24 ч вся композиция затвердевает и не поддается ожижению даже при быстром взбалтывании. Опыт не продолжается.
		55
		Таким образом, при использовании изобретения отпадает необходимость отделения полученных микрокапсул от водного раствора, т.е. взвешенные в водной жидкости микрокапсулы могут быть использованы такими, какие они есть; не происходит агломерации микрокапсул в водном растворе даже после некоторого срока времени или же после воздействия повышенных температур; капсулировать

можно концентрированные количества;  
не имеет места повышение вязкости,  
т.е. отверждения смеси с водной смесью  
после определенного срока времени или  
воздействия повышенных температур;  
в случае капсулирования апеталилидных

или тиокарбаматных гербицидов в водном  
растворе не встречается гербицидных  
кристаллов; микрокапсулы остаются в  
водной жидкости во взвешенном состоя-  
нии или же в случае осаждения легко  
взвешиваются повторно.

5

Составитель И. Девнина  
Редактор А. Лежнина Техред Т. Маточка Корректор О. Тигор  
Заказ 6247/60 Тираж 537 Подписное  
ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5  
Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4