



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0029315

(51)⁷ A01N 25/22; A01N 25/12; A01N 25/14; (13) B
A01P 7/04; A01N 25/26; A01N 43/90;
A01N 25/04

(21) 1-2011-02774

(22) 12/03/2010

(86) PCT/GB2010/000464 12/03/2010

(87) WO 2010/106314 23/09/2010

(30) 0904659.0 18/03/2009 GB

(45) 25/08/2021 401

(43) 25/04/2012 289A

(73) 1. SYNGENTA LIMITED (GB)

European Regional Centre, Priestley Road, Surrey Research Park, Guildford, Surrey
GU2 7YH, United Kingdom

2. SYNGENTA PARTICIPATIONS AG (CH)

Intellectual Property Department. Schwarzwaldallee 215, 4058 Basel, Switzerland

(72) HEMING, Alexander Mark (GB); PIERCE, Andrew James (GB); WILLIAMS,
Johanna Martina (AT).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) CHẾ PHẨM DIỆT SINH VẬT GÂY HẠI CHỨA EMAMECTIN BENZOAT VÀ
CHẤT BẢO VỆ KHỎI ÁNH SÁNG, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM NÀY
VÀ HẠT EMAMECTIC BENZOAT ĐƯỢC PHỦ BẰNG CHẤT BẢO VỆ KHỎI
ÁNH SÁNG

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa chất diệt sinh vật gây hại (A) là emamectin benzoat và chất bảo vệ khỏi ánh sáng, trong đó đường kính trung bình của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) là từ 1 đến 10µm và trong đó lượng chất bảo vệ khỏi ánh sáng trong chế phẩm này không vượt quá 20% tổng khối lượng của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) cộng với chất này. Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm bào chế, quy trình điều chế chế phẩm diệt sinh vật gây hại và hạt emamectin benzoat được phủ bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm diệt sinh vật gây hại đã được xác định chứa lượng nhỏ chất bảo vệ khỏi ánh sáng, cụ thể là, chế phẩm chứa các hạt chất diệt sinh vật gây hại được phủ bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng, các chế phẩm bào chế chứa các chế phẩm này, quy trình điều chế chế phẩm diệt sinh vật gây hại và hạt emamectin benzoat được phủ bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất diệt sinh vật gây hại thường được sử dụng cho cây trồng nông nghiệp trong đó chúng có hoạt tính sinh học trong việc kiểm soát các loài gây hại trên hoặc trong phạm vi lá của thực vật. Nhiều hợp chất diệt sinh vật gây hại bị phân hủy ngay trên bề mặt lá hoặc trong lá bởi ánh sáng mặt trời (bị quang phân) hoặc bởi các phản ứng hóa học với tác nhân hóa học hoạt động mạnh do tác động của ánh sáng mặt trời tạo ra, ví dụ, oxy đơn. Đôi khi, tốc độ phân hủy do ánh sáng nhanh đến mức việc kiểm soát sinh học cần thiết đối với các loài gây hại sớm bị bỏ qua. Lượng tổn hao của hợp chất diệt sinh vật gây hại bởi quá trình phân hủy do ánh sáng phải được bù vào lượng hợp chất diệt sinh vật gây hại được sử dụng lúc ban đầu cho cây trồng. Kết quả là đã sử dụng nhiều hợp chất diệt sinh vật gây hại hơn lượng thực sự cần thiết để kiểm soát sinh học hữu hiệu đối với các loài gây hại, điều này có liên quan đến các vấn đề về thương mại và môi trường. Vì vậy, đặt ra nhu cầu là cần phải có chế phẩm diệt sinh vật gây hại mà nhờ đó, tốc độ phân hủy do ánh sáng của chất diệt sinh vật gây hại được giảm xuống.

Trên thực tế người ta thường đưa chất chống oxy hóa vào sản phẩm nông hóa để tăng thời hạn sử dụng của nó. Việc này thì tách biệt và khác biệt với việc cố ý bổ sung hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng để làm giảm tốc độ phân hủy do ánh sáng khi sản phẩm này được sử dụng cho cây trồng ở ngoài đồng.

Một số ví dụ về cách sử dụng các hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng để làm giảm tốc độ phân hủy do ánh sáng của chất diệt sinh vật gây hại và nhờ đó, cải thiện tính hiệu quả của nó đã có trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Chế phẩm diệt sinh vật gây hại dạng hạt chứa lignin hoặc lignin đã được biến đổi được mô tả trong chương 8 của *Controlled-Release Delivery Systems for Pesticides* (do Scher, H., Marcel Dekker biên tập, *New York, 1999*). Các chế phẩm này được điều chế bằng cách làm nóng chảy đồng thời chất diệt sinh vật gây hại với lignin và làm nguội sản phẩm nóng chảy thu được để tạo dạng thủy tinh, sau đó, chất này được xử lý thêm để tạo các hạt.

WO03005816 mô tả các hạt kích thước micro bao gồm các hạt chất diệt sinh vật gây hại trong chất nền lignin được điều chế bằng cách tạo nhũ tương nước trong dầu gồm chất diệt sinh vật gây hại và lignin được đồng hòa tan trong dung môi hữu cơ và sau đó, loại bỏ dung môi này để thu được các hạt kích thước micro rắn. Chế phẩm đã được bộc lộ chứa lignin ở mức cao hơn khối lượng của hợp chất diệt sinh vật gây hại bảy lần. Tỷ lệ giữa chất bảo vệ khỏi ánh sáng so với chất diệt sinh vật gây hại cao như vậy là cần thiết để tạo các hạt kích thước micro hình cầu có tác dụng giữ lại một cách đầy đủ tất cả các hạt chất diệt sinh vật gây hại.

US5965123 mô tả chế phẩm diệt sinh vật gây hại trong đó hợp chất diệt sinh vật gây hại có mặt ở dạng hạt được giữ lại trong chất nền bao gồm “polyme phụ thuộc độ pH”, chất dẻo hóa và chất bảo vệ khỏi tia cực tím.

WO0213608 mô tả thể phân tán trong dầu của hợp chất diệt sinh vật gây hại được phủ bằng lignin. Các hạt chất diệt sinh vật gây hại được đồng điều chế với lignin bằng các phương pháp thông dụng như tạo huyền phù các hạt chất diệt sinh vật gây hại trong dung dịch lignin nước và sau đó, sấy phun để thu được chất liệu rắn mà chứa phần lớn các hạt chất diệt sinh vật gây hại được giữ lại trong chất nền lignin.

US5939089 mô tả phương pháp bao chất diệt sinh vật gây hại với chất ngăn tia cực tím bao gồm bước tạo huyền phù đặc của chất diệt sinh vật gây hại và vật liệu chứa lignin, và phun dòng axit và huyền phù đặc này tiếp xúc với nhau để làm lắng vật liệu chứa lignin lên chất diệt sinh vật gây hại và tạo thành lớp phủ bảo vệ lên chất diệt sinh vật gây hại.

Demchak và Dybas đã chứng minh rằng abamectin, một loại chất diệt côn trùng được sử dụng chủ yếu trong nông nghiệp, có thể được giữ lại trong chất nền chứa zein, một protein có nguồn gốc từ thực vật, để tạo chế phẩm có tính ổn định ánh sáng tăng cao (*Journal of Agricultural and Food Chemistry*; 45, 1, 1997, 260-262, do American Chemical Society xuất bản).

Trong tất cả các trường hợp này, hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng được điều chế trong chất nền rắn, trong đó mỗi hạt nhỏ hoặc hạt kích thước micro của chế phẩm chứa phần lớn các hạt chất diệt sinh vật gây hại. Thậm chí, đối với những phương pháp mà trong đó chế phẩm rắn còn được xử lý thêm, thì các hạt chất diệt sinh vật gây hại là không rời rạc, với màng phủ riêng biệt của hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng, nhưng tồn tại ở dạng cụm được liên kết với nhau bằng chất nền. Nhược điểm của những phương pháp này là lượng hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng cần thiết so với lượng chất diệt sinh vật gây hại là rất lớn. Tỷ lệ khối lượng giữa hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng và chất diệt sinh vật gây hại vượt quá 1:1 trong mọi trường hợp. Không phải là lợi thế về giá thành hoặc thể tích khi sử dụng các lượng lớn hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng so với chất diệt sinh vật gây hại.

WO0226040 mô tả quy trình phủ các hạt lơ lửng trong nước bằng cách sử dụng điện tích tĩnh tự nhiên trên các bề mặt hạt để thu hút và liên kết các polyme tích điện trái dấu. Các hạt bảo vệ khỏi ánh sáng được liên kết vào bề mặt của các hạt trong suốt quá trình này. Đối với chuyên gia trong lĩnh vực này hiển nhiên là các phương pháp tạo giọt tự như vậy thì khó thực hiện bởi vì kết quả thì có tính phụ thuộc cao vào bản chất của các hạt và polyme. Thông thường người ta thực hiện các quy trình tạo giọt tự để điều chế các cụm hạt được liên kết với polyme, chứ không phải với các hạt rời rạc, và như vậy việc khống chế kích thước của cụm thì khó khăn. Một nhược điểm nữa của phương pháp này là kích thước và bản chất của các hạt bảo vệ khỏi ánh sáng phải được chọn lựa rất kỹ càng để chúng tụ lại xung quanh các hạt chất diệt sinh vật gây hại và đem lại sự bảo vệ khỏi ánh sáng hữu hiệu.

WO06077394 mô tả cách sử dụng vi nang polyme trong đó thuốc nhuộm bảo vệ khỏi ánh sáng được đồng hòa tan với chất diệt sinh vật gây hại hoặc hợp chất có hoạt tính sinh học khác, US2007275853 mô tả các vi nang polyme có chất làm ổn định

bảo vệ khỏi ánh sáng được liên kết vào thành vi nang hoặc được đồng hòa tan với hợp chất có hoạt tính sinh học trong phạm vi vi nang và US5455048 mô tả các vi nang bao gồm nhân lỏng dạng dầu trong đó các hạt vô cơ có “màn chắn ánh sáng mặt trời” được phân tán.

Một nhược điểm của việc tạo vi nang là đó không phải là một quy trình thích hợp cho nhiều hợp chất diệt sinh vật gây hại vì chúng phải tan được trong dung môi thích hợp và trở về phương diện hóa học với quy trình nang hóa được sử dụng. Cũng có những vấn đề về chi phí gắn liền với việc tạo vi nang, ví dụ, chi phí cho quy trình xử lý tăng và tổng lượng tương đối thấp của hợp chất diệt sinh vật gây hại mà có thể được hợp nhất vào sản phẩm này.

EP1306008 mô tả hạt có thể phân tán được trong nước thông thường chứa chất liệu trên cơ sở thực vật với vai trò là chất độn và, tùy ý, một chất liệu bảo vệ khỏi ánh sáng dạng hạt, như muối than hoặc đất sét. Mặc dù không có dữ liệu nào được trình bày, nhưng chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ nhìn nhận rằng lượng tương đối nhỏ chất liệu bảo vệ khỏi ánh sáng dạng hạt so với chất diệt sinh vật gây hại sẽ không hữu hiệu trong việc bảo vệ chất diệt sinh vật gây hại khỏi ánh sáng khi ở dạng lượng lắng tụ phun khô trên bề mặt lá bởi vì chất bảo vệ khỏi ánh sáng rời rạc và các hạt chất diệt sinh vật gây hại không được liên hợp một cách chặt chẽ và thay vào đó, dễ nằm bên cạnh nhau, làm cho các hạt chất diệt sinh vật gây hại tiếp xúc với ánh sáng mặt trời.

WO07053760 mô tả chế phẩm của các chất diệt sinh vật gây hại bị phân hủy bởi oxy nguyên tử, một cơ chế phân hủy quang hóa thông thường, mà được đồng điều chế với chất nâng cao hoạt tính có tác dụng bảo vệ hoặc làm ổn định chất diệt sinh vật gây hại khỏi phản ứng với oxy nguyên tử, nói cách khác, là chất chống oxy hóa. Trong các ví dụ được đưa ra, chất diệt sinh vật gây hại và các hợp chất chống oxy hóa được đồng điều chế một cách đơn giản hoặc được trộn với nhau ngay trước khi phun (được trộn bằng thùng). Tỷ lệ khối lượng được dùng là từ 2 đến 80 phần chất chống oxy hóa và 1 phần chất diệt sinh vật gây hại.

Vì vậy, có nhu cầu về chế phẩm diệt sinh vật gây hại chứa chất diệt sinh vật gây hại được bảo vệ khỏi ánh sáng bằng các lượng nhỏ hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng so với chất diệt sinh vật gây hại, cụ thể là trường hợp hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng và

chất diệt sinh vật gây hại được liên hợp chặt chẽ với nhau để có được tính hiệu quả nhất và chế phẩm này có thể được điều chế bằng quy trình hữu hiệu đối với một loạt rất nhiều chất diệt sinh vật gây hại.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề cập đến chế phẩm chứa chất diệt sinh vật gây hại, tức là emamectin benzoat, có chứa các hạt có đường kính trung bình từ 1 đến 10µm và chất bảo vệ khỏi ánh sáng, trong đó tổng khối lượng của chất này trong chế phẩm không vượt quá 20% tổng khối lượng của các hạt cộng với chất này. Đáng ngạc nhiên là, đã phát hiện được rằng chế phẩm này khắc phục được nhược điểm của công nghệ hiện có trong lĩnh vực này.

Do vậy, theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất chế phẩm chứa chất diệt sinh vật gây hại (A) là emamectin benzoat và chất bảo vệ khỏi ánh sáng, trong đó mỗi hạt emamectin benzoat được phủ bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng, trong đó đường kính trung bình của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) là từ 1 đến 10µm và trong đó lượng của chất bảo vệ khỏi ánh sáng trong chế phẩm này từ 0,1 đến 20% tổng khối lượng của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) cộng với chất này, và trong đó chất bảo vệ khỏi ánh sáng là etylenbis(oxyetylen)bis-(3-(5-tert-butyl-4-hydroxy-m-tolyl)-propionat.

Theo một phương án, có thể thu được chế phẩm của khía cạnh thứ nhất bằng cách phủ mỗi hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng, sao cho chất bảo vệ khỏi ánh sáng và chất diệt sinh vật gây hại liên hợp chặt chẽ với nhau.

Đường kính trung bình của các hạt là đường kính trung bình của hạt đã được phủ; và tương tự, tổng khối lượng của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) cộng với chất này là tổng khối lượng của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) đã được bao cộng với chất đó.

Các hạt có mặt trong chế phẩm, dù được phủ hay không được phủ, là những hạt rần riêng rẽ hoặc những hạt rần đơn nhân.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các chế phẩm chứa các hạt chất diệt sinh vật gây hại được phủ ở dạng hạt rời rạc đã được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. US2007275853 mô tả các hạt được phủ bằng màng phủ dạng bột được chọn từ các chất liệu carbohydrat hoặc chất liệu xenluloza khác nhau và WO9707676 mô tả các hạt rắn bảo vệ cây trồng, cụ thể là, chất diệt cỏ, được phủ bằng các chất liệu không tan trong nước khác nhau để ngăn ngừa sự phân hủy của các hạt rắn bảo vệ cây trồng được phủ bởi các hóa chất bảo vệ cây trồng khác.

Theo một phương án, lượng chất diệt sinh vật gây hại (A) trong chế phẩm theo sáng chế là từ 0,1 đến 98, tốt hơn, nếu là từ 0,5 đến 99, đặc biệt là từ 1 đến 95%, dựa trên khối lượng của chế phẩm.

Trong trường hợp các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) được phủ bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng, thì các hạt chất diệt sinh vật gây hại được phủ ít nhất một phần bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng (hoặc màng phủ) sao cho các hạt chất diệt sinh vật gây hại rời rạc được phủ một cách riêng biệt mà không có hiện tượng kết tụ dày đặc hoặc giữ lại các hạt trong chất nền của vật liệu phủ. Các hạt này có thể được gọi là hạt rắn đơn hoặc hạt rắn đơn nhân. Trong trường hợp này, thuật ngữ “được phủ một phần” có nghĩa là, tính trung bình, các hạt gần như được phủ hoàn toàn, nhưng có nghĩa là màng phủ có thể không tiếp giáp hoàn toàn xung quanh toàn bộ bề mặt của mọi hạt (tức là có thể vẫn có các phần của các bề mặt của một số hạt chưa được phủ). Do đó, thuật ngữ “được phủ ít nhất một phần” bao hàm các tình huống mà trong đó (i) tất cả các hạt được phủ hoàn toàn; (ii) một số hạt được phủ hoàn toàn trong khi số còn lại được phủ một phần [hầu như được phủ hoàn toàn]; và (iii) tất cả các hạt được phủ một phần [hầu như được phủ hoàn toàn]. Màng phủ trên các hạt chất diệt sinh vật gây hại của sáng chế có tác dụng bảo vệ khỏi ánh sáng; mức độ phủ các hạt phải sao cho màng phủ đem lại các hạt chất diệt sinh vật gây hại có mức bảo vệ hữu hiệu chống lại sự phân hủy do ánh sáng.

Các chất bảo vệ khỏi ánh sáng được sử dụng theo sáng chế là etylenbis(oxyetylen)bis-(3-(5-tert-butyl-4-hydroxy-m-tolyl)-propionat) (sẵn có trên thị trường ví dụ với nhãn hiệu IrganoxTM 245).

Chất bảo vệ khỏi ánh sáng được sử dụng trong việc phủ cần phải hoạt động để làm giảm tốc độ phân hủy chất diệt sinh vật gây hại do sự tác động của ánh sáng mặt trời.

Trong trường hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng được phủ trên chất diệt sinh vật gây hại, không bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, hiện nay màng phủ của chất bảo vệ khỏi ánh sáng được sử dụng trong sáng chế được cho rằng là đặc biệt hữu hiệu bởi vì chất bảo vệ khỏi ánh sáng được liên hợp chặt chẽ với hợp chất diệt sinh vật gây hại ở bề mặt của mỗi hạt, nơi hiện tượng phân hủy do ánh sáng dễ xảy ra nhất và do vậy, nơi đó nó là cần thiết nhất.

Tốt hơn, nếu lượng chất bảo vệ khỏi ánh sáng trong chế phẩm được phủ trên hạt chất diệt sinh vật gây hại của sáng chế là từ 0,1 đến 20%, tốt hơn là từ 0,5 đến 18%, tốt hơn nữa là từ 1 đến 15%, tốt nhất là từ 2 đến 10% khối lượng trên tổng khối lượng các hạt và chất này. Lượng chất liệu bảo vệ khỏi ánh sáng cần thiết trong chế phẩm cụ thể bất kỳ, hữu hiệu như thế nào, sẽ phụ thuộc vào nhiều biến số, như tính nhạy cảm với ánh sáng của chất diệt sinh vật gây hại, cách chọn hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng được sử dụng và kích cỡ của các hạt chất diệt sinh vật gây hại. Người sử dụng thông thạo sẽ có thể chọn được vật liệu phù thích hợp cho mỗi dạng kết hợp của chất diệt sinh vật gây hại và kích cỡ hạt mong muốn.

Đường kính trung bình của các hạt chất diệt sinh vật gây hại, tốt hơn, nếu là của các hạt chất diệt sinh vật gây hại đã được phủ, theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1 đến 10 μ m, đặc biệt là 2 đến 6 μ m. Do vậy, kích cỡ hạt được ưu tiên ở kích cỡ D[0.9] (kích cỡ mà dưới mức đó 90% số hạt rơi xuống - xem phương pháp ISO 13320-1:1999 để biết thêm chi tiết) là 4-10 μ m. Các phương pháp điều chế hạt chất diệt sinh vật gây hại có khoảng kích cỡ được ưu tiên trước khi phủ thì chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ biết, ví dụ, nghiền bằng tia khí, micro hóa, nghiền khô, nghiền bằng búa, nghiền bằng đinh có nhiều châu, nghiền bằng hạt bi hoặc tán nhỏ bằng siêu âm. Quy trình được sử dụng để điều chế các hạt chất diệt sinh vật gây hại trước khi phủ chúng thì không nhằm giới hạn sáng chế. Trong trường hợp này, đường kính trung bình có nghĩa là đường kính trung bình theo giá trị trung bình của các số, như được đo bằng một kỹ thuật xác định cỡ hạt thích hợp như tán xạ ánh sáng động. Chuyên gia trong lĩnh vực

này biết rõ về những khác biệt về các định nghĩa thống kê khác nhau của kích cỡ hạt trung bình và cách đo chúng.

Các phương pháp điều chế chế phẩm theo sáng chế bao gồm việc trộn một cách thích hợp chất diệt sinh vật gây hại có kích cỡ hạt xác định và chất bảo vệ khỏi ánh sáng theo lượng xác định. Các phương pháp như vậy thì chuyên gia trong lĩnh vực này đã biết.

Thích hợp là, quy trình phủ của sáng chế là quy trình trong đó chất bảo vệ khỏi ánh sáng có thể phân tán vào bề mặt của các hạt chất diệt sinh vật gây hại theo phương thức có kiểm soát mà không gây kết tụ các hạt đã nêu. Thích hợp hơn là, quy trình phủ của sáng chế được tiến hành theo kỹ thuật trong đó các hạt chất diệt sinh vật gây hại được đưa vào quy trình này ở dạng bột khô, sau đó, được phủ bằng vật liệu phủ bảo vệ khỏi ánh sáng lỏng mà trở thành màng phủ rắn trên các hạt trong suốt quy trình này và trong đó hạt đã được phủ đi ra khỏi quy trình này ở trạng thái khô không kết tụ. Các quy trình phủ như vậy phải bao gồm phương tiện duy trì khả năng trộn và di chuyển tốt của hạt, ví dụ, trong dòng khí hoặc tầng sôi, và phương pháp đưa vật liệu phủ lỏng vào ở dạng chất nóng chảy nóng, dung dịch trong dung môi dễ bay hơi hoặc chất lỏng có tác dụng phản ứng để trở thành chất rắn theo cách mà có thể phân bố chất lỏng đồng đều trên bề mặt hạt. Điều này thường được thực hiện bằng cách phun chất lỏng vào khối hạt trong dòng khí hoặc tầng sôi. Các ví dụ về loại quy trình này là loại được bộc lộ trong WO9707676 hoặc các kỹ thuật phủ Wurster.

Thích hợp hơn cả là, phương pháp được sử dụng để điều chế các hạt chất diệt sinh vật gây hại theo sáng chế có khoảng kích thước được ưu tiên và sau đó, phủ chúng là phương pháp được mô tả trong WO04054718. Trong quy trình này, nguyên liệu ban đầu cho các hạt rắn được đưa vào buồng nghiền ly tâm thông qua tia khí áp suất cao và đồng thời, chất lỏng nóng chảy dùng cho vật liệu phủ được đưa vào buồng đó bằng vòi phun tách biệt. Tỷ lệ giữa chất lỏng và chất rắn được kiểm soát bằng một bộ phận điều tiết. Vì vậy, các hạt rắn được làm giảm kích cỡ bằng phương pháp tán nhỏ và được phủ bằng vật liệu phủ lỏng trong cùng một bước vận hành. Các hạt đã được phủ ra khỏi thiết bị nghiền một khi chúng nằm trong khoảng kích cỡ nhất định và được thu gom vào một thiết bị tách.

Do đó, vật liệu phủ bảo vệ khỏi ánh sáng dùng cho việc sử dụng theo phương án thích hợp nhất của sáng chế phải có các thuộc tính cần thiết để sử dụng trong quy trình này. Đó là, nó phải có khả năng hòa tan hoặc nóng chảy, bơm và phun mù trong suốt quy trình này và sau đó, phải hóa rắn để tạo ra màng phủ trên các hạt mà không mềm hoặc dính ở nhiệt độ trong phòng và có tính đàn hồi trong suốt thời hạn bảo quản được dự kiến của sản phẩm cuối cùng. Thích hợp là, vật liệu phủ cũng có thể bao gồm sự kết hợp của từ hai hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng trở lên hoặc của sự kết hợp của một hoặc nhiều hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng và các hợp chất trợ mà có thể được bổ sung vào để làm tăng tính hiệu quả của quy trình phủ. Vật liệu phủ được dùng theo sáng chế là etylenbis(oxyetylen)bis-(3-(5-tert-butyl-4-hydroxy-m-tolyl)-propionat) (sẵn có trên thị trường ví dụ với nhãn hiệu IrganoxTM 245) và, có điểm nóng chảy ở 76-79°C.

Chế phẩm theo sáng chế có thể được điều chế cho một công dụng cụ thể. Tốt hơn, nếu chế phẩm được điều chế để bảo vệ các cây được nuôi cấy hoặc các vật liệu nhân giống của chúng. Do vậy, chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng cho cây theo phương thức thông thường, như phun lá. Đồng thời, chế phẩm có thể được điều chế cho các ứng dụng xử lý hạt giống nhằm chống chế hoặc phòng ngừa thiệt hại do các loài gây hại và/hoặc mầm bệnh, tác nhân gây hại này được tìm thấy trong ngành nông nghiệp và lâm nghiệp, và đặc biệt có thể tàn phá cây ở các giai đoạn sớm trong quá trình phát triển của nó. Cũng được tiên liệu là các phương pháp sử dụng vào đất, mà có thể thông qua phương pháp thích hợp bất kỳ, phương pháp này bảo đảm rằng chất diệt sinh vật gây hại thấm vào đất, ví dụ, sử dụng cho khay ươm, tại luống cày, phun ướt đất, bơm vào lòng đất, tưới nhỏ giọt, sử dụng thông qua bình phun hoặc trực trung tâm, đưa vào trong đất (phun rộng ra hoặc theo dải) là những phương pháp như vậy.

Các chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng trong ngành nông nghiệp để cải thiện tình trạng sinh trưởng của cây. Các ví dụ về các loài cây trồng mục tiêu bao gồm, đặc biệt là cây ăn quả, rau, cây cho hạt, cây cho quả mọng, cây trồng nhiệt đới, cây cảnh và các loài cây khác, như lúa mì, lúa mạch, lúa mạch đen, yến mạch, lúa gạo, ngô, lúa miến, đậu đỏ, đậu lăng, đậu Hà Lan, đậu nành, cải dầu, cải cay, anh túc, củ cải đường và dền cho lá, bông, lanh, gai dầu, đay, hướng dương, dầu thầu dầu, lạc, khoai

tây, khoai lang, thuốc lá, mía, táo, lê, mận, đào, xuân đào, mơ, anh đào, cam, chanh, bưởi, quýt, cây leo ôliu, huplông, hạnh nhân, cây óc chó, cây phỉ, bơ, chuối, chè, cà phê, dừa, ca cao, cây cao su tự nhiên, cây có dầu, nho, dâu tây, mâm xôi, mâm xôi đen, cây bina, rau diếp, măng tây, bắp cải, cải rổ, cà rốt, hành, cà chua, dưa chuột, tiêu, cà pháo, dưa tây, ớt cựa gà, ớt, hoa hồng, hoa cúc, bông và cẩm chướng. Những loài cây này cũng có thể được biến đổi gen.

Tốc độ và tần suất sử dụng chế phẩm trên cây có thể biến đổi trong giới hạn rộng và phụ thuộc vào chất diệt sinh vật gây hại cụ thể, loại sử dụng, chất đất, phương pháp sử dụng (trước mọc hoặc sau mọc, v.v.), loài cây hoặc loài gây hại cần được khống chế, các điều kiện khí hậu chủ đạo, và các yếu tố khác do phương pháp sử dụng tác động, thời gian sử dụng và loài cây mục tiêu. Chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ chọn được các thông số thích hợp cho ứng dụng này.

Thường thì các chế phẩm chứa chất diệt sinh vật gây hại theo sáng chế sẽ còn được xử lý thêm để tạo ra các chế phẩm bào chế như những loại thường được sử dụng trong ngành nông nghiệp, ví dụ, các sản phẩm đậm đặc có thể phân tán được trong nước như sản phẩm dạng huyền phù đặc (SC), hạt có thể phân tán được trong nước (WG), bột thấm ướt được (WP) hoặc thể phân tán có thể chảy được trong dầu (OD). Chuyên gia trong lĩnh vực này sẽ chọn được loại chế phẩm bào chế thích hợp cho sản phẩm được dự định cùng với chất độn điều chế cần thiết và các điều kiện chế biến để điều chế nó. Thích hợp là các chế phẩm được điều chế từ các hạt chất diệt sinh vật gây hại đã được phủ của sáng chế còn có thể chứa chất bảo vệ khỏi ánh sáng ngoài màng phủ trên các hạt ra. Ví dụ, natri lignosulfonat được sử dụng làm chất phân tán trong chế phẩm dạng hạt có thể đem lại thêm khả năng bảo vệ khỏi ánh sáng cho các hạt chất diệt sinh vật gây hại ngoài màng phủ hạt ra.

Theo một phương án ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế ở dạng hạt nhỏ có thể phân tán được trong nước (WG), trong đó chất độn điều chế trong chế phẩm bào chế này là natri lignosulfonat (được biết dưới tên thương mại là, ví dụ, Polyfon H).

Theo một phương án, lượng chất diệt sinh vật gây hại (A) trong chế phẩm bào chế theo sáng chế là từ 0,1 đến 50, tốt hơn, nếu là từ 0,5 đến 20, đặc biệt là 0,95 đến 10% trên cơ sở khối lượng của chế phẩm bào chế này.

Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể được điều chế ở dạng sản phẩm đậm đặc để sử dụng trong khi điều chế chế phẩm bào chế thường được sử dụng trong ngành nông nghiệp. Trong trường hợp này, lượng chất diệt sinh vật gây hại (A) trong chế phẩm sẽ là từ 50 đến 99, tốt hơn, nếu là từ 75 đến 98, đặc biệt là 85 đến 95% trên cơ sở khối lượng của chế phẩm.

Trong khi, tốt hơn, nếu các sản phẩm thương mại được điều chế ở dạng sản phẩm cô (ví dụ, chế phẩm trộn sơ bộ (chế phẩm bào chế)), thông thường, người dùng cuối cùng sẽ sử dụng các chế phẩm bào chế loãng (ví dụ, chế phẩm trộn trong thùng).

Chế phẩm trộn trong thùng thường được điều chế bằng cách pha loãng với dung môi (ví dụ, nước), một hoặc nhiều chế phẩm trộn sơ bộ chứa các chất diệt sinh vật gây hại khác nhau, và tùy ý, có thêm chất phụ trợ. Trong ngữ cảnh này, một trong số chế phẩm trộn sơ bộ đã nêu là chế phẩm theo sáng chế. Chất trộn sơ bộ thứ hai có thể là chế phẩm khác chứa chất diệt sinh vật gây hại khác.

Ngoài ra, các chế phẩm theo sáng chế, bao gồm cả các chế phẩm bào chế, chứa chất diệt sinh vật gây hại (B) không phải là avermectin.

Các ví dụ về chất diệt sinh vật gây hại (B) bao gồm chất diệt nấm và các chất diệt côn trùng khác, trong đó có lufenuron, thiamethoxam, fipronil, imidacloprid và chlorantraniliprol.

Theo một phương án, đường kính trung bình của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (B), độc lập với chất diệt sinh vật gây hại (A), tương ứng với đường kính trung bình của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (A) được đề cập trên đây.

Theo một phương án, mỗi hạt chất diệt sinh vật gây hại (B), độc lập với màng phủ trong chất diệt sinh vật gây hại (A) hoặc lượng màng phủ trên chất diệt sinh vật gây hại (A), được phủ bằng màng phủ bảo vệ khỏi ánh sáng, như được định nghĩa trong tài liệu này, theo lượng mà không vượt quá 20% tổng khối lượng của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (B) cộng với màng phủ này (tức là khối lượng của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (B) đã được phủ). Tốt hơn, nếu lượng của màng phủ bảo vệ khỏi ánh sáng là từ 0,01 đến 20, như 0,5 đến 18, tốt hơn nữa là từ 1 đến 15, tốt nhất là từ 2 đến 10%, theo khối lượng của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (B) đã được phủ.

Do đó, tỷ lệ khối lượng giữa chất bảo vệ khỏi ánh sáng và chất diệt sinh vật gây hại (dù là một mình (A) hay cả (A) và (B)) ở trong chế phẩm theo sáng chế sẽ không bao giờ vượt quá 20:100, tốt hơn, nếu tỷ lệ khối lượng là 0,01 đến 20:100, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 18:100; đặc biệt là từ 1 đến 15:100, thuận lợi là từ 2 đến 10:100.

Theo một phương án, trong trường hợp chất diệt sinh vật gây hại (B) được phủ, thì màng phủ bảo vệ khỏi ánh sáng dùng cho chất diệt sinh vật gây hại (A) và chất diệt sinh vật gây hại (B) là giống hoặc khác nhau.

Trong trường hợp có nhiều hơn một chất diệt sinh vật gây hại (A) và/hoặc nhiều hơn một chất diệt sinh vật gây hại (B) trong chế phẩm, thì màng phủ bảo vệ khỏi ánh sáng có thể là giống hoặc khác nhau đối với mỗi chất diệt sinh vật gây hại (A) và mỗi chất diệt sinh vật gây hại (B).

Các chế phẩm theo sáng chế có công dụng cụ thể trong ngành nông nghiệp và ngành có liên quan. Các chế phẩm này thì thích hợp cho việc khống chế thiệt hại do các loài gây hại gây ra, như côn trùng, nấm, cỏ, đối với một loài cây nào đó, và cho việc cải thiện tình trạng sinh trưởng của cây.

Các ví dụ về côn trùng bao gồm bộ Cánh Vảy là, ví dụ, *Acleris* spp., *Adoxophyes* spp., *Aegeria* spp., *Agrotis* spp., *Alabama argillaceae*, *Amylois* spp., *Anticarsia gemmatilis*, *Archips* spp., *Argyrotaenia* spp., *Astylus atromaculatus*, *Autographa* spp., *Busseola fusca*, *Cadra cautella*, *Carposina nipponensis*, *Chilo* spp., *Choristoneura* spp., *Clysia ambiguella*, *Cnaphalocrocis* spp., *Cnephasia* spp., *Cochylis* spp., *Coleophora* spp., *Crocidolomia binotalis*, *Cryptophlebia leucotreta*, *Cydia* spp., *Diatraea* spp., *Diparopsis castanea*, *Earias* spp., *Elasmopalpus* spp., *Ephestia* spp., *Eucosma* spp., *Eupoecilia ambiguella*, *Euproctis* spp., *Euxoa* spp., *Grapholita* spp., *Hedya nubiferana*, *Heliothis* spp., *Hellula undalis*, *Heteronychus arator*, *Hyphantria cunea*, *Keiferia lycopersicella*, *Leucoptera scitella*, *Lithocollethis* spp., *Lobesia botrana*, *Lymantria* spp., *Lyonetia* spp., *Malacosoma* spp., *Mamestra brassicae*, *Manduca sexta*, *Operophtera* spp., *Ostrinia nubilalis*, *Pammene* spp., *Pandemis* spp., *Panolis flammea*, *Pectinophora gossypiella*, *Phthorimaea operculella*, *Pieris rapae*, *Pieris* spp., *Plutella xylostella*, *Prays* spp., *Scirpophaga* spp., *Sesamia* spp., *Sparganothis* spp., *Spodoptera* spp., *Synanthedon* spp., *Thaumetopoea* spp.,

Tortrix spp., *Trichoplusia ni* và *Yponomeuta* spp.; các côn trùng của bộ Cánh Cứng là, ví dụ, *Agriotes* spp., *Anthonomus* spp., *Atomaria linearis*, *Chaetocnema tibialis*, *Conotrachelus* spp., *Cosmopolites* spp., *Curculio* spp., *Dermestes* spp., *Diabrotica* spp., *Dilopoderus* spp., *Epilachna* spp., *Eremnus* spp., *Heteronychus* spp., *Leptinotarsa decemlineata*, *Lissorhoptrus* spp., *Melolontha* spp., *Melolontha melolontha*, *Oryzaephilus* spp., *Otiorhynchus* spp., *Phlyctinus* spp., *Popillia* spp., *Popillia japonica*, *Psylliodes* spp., *Rhizopertha* spp., *Scarabeidae*, *Somaticus* spp., *Sitophilus* spp., *Sitotroga* spp., *Tanymecus* spp., *Tenebrio* spp., *Tribolium* spp., *Trogoderma* spp., *Phyllotreta* spp., *Ceutorhynchus* spp., *Cyclocephala hirta*, *Cyclocephala pasadenae*, *Macroductylus subspinosus*, *Macroductylus uniformis* và *Zabrus* spp.; các côn trùng của bộ Cánh Thẳng là, ví dụ, *Blatta* spp., *Blattella* spp., *Gryllotalpa* spp., *Leucophaea maderae*, *Locusta* spp., *Periplaneta* spp. và *Schistocerca* spp.; các côn trùng của bộ Cánh Úp là, ví dụ, *Liposcelis* spp.; các côn trùng của bộ Chấy Rận là, ví dụ, *Haematopinus* spp., *Linognathus* spp., *Pediculus* spp., *Pemphigus* spp. và *Phylloxera* spp.; các côn trùng của bộ Cánh Đều là, ví dụ, *Reticulitermes* spp. Như *R. flavipes*, *R. hallus*, *R. tibialis*, *R. virginicus*, *R. santonensis*, *R. hageni*, *Coptotermes* spp., như *C. formosanus*, *Nasutitermes* ssp. và *Macrotermes* spp.; các côn trùng của bộ Ăn Lông là, ví dụ, *Damalinea* spp. và *Trichodectes* spp.; các côn trùng của bộ Cánh Tơ là, ví dụ, *Frankliniella* spp., *Hercinothrips* spp., *Taeniothrips* spp., *Thrips palmi*, *Thrips tabaci* và *Scirtothrips aurantii*; các côn trùng của bộ Cánh Nửa là, ví dụ, *Cimex* spp., *Distantiella theobroma*, *Dysdercus* spp., *Euchistus* spp., *Eurygaster* spp., *Leptocoris* spp., *Nezara* spp., *Piesma* spp., *Rhodnius* spp., *Sahlbergella singularis*, *Scotinophara* spp. và *Triatoma* spp.; các côn trùng của bộ Cánh Giống là, ví dụ, *Aleurothrixus floccosus*, *Aleyrodes brassicae*, *Aonidiella* spp., *Aphididae*, *Aphis* spp., *Aspidiotus* spp., *Bemisia tabaci*, *Ceroplaster* spp., *Chrysomphalus aonidium*, *Chrysomphalus dictyospermi*, *Coccus hesperidum*, *Empoasca* spp., *Eriosoma larigerum*, *Erythroneura* spp., *Gascardia* spp., *Laodelphax* spp., *Lecanium corni*, *Lepidosaphes* spp., *Macrosiphus* spp., *Myzus* spp., *Nephotettix* spp., *Nilaparvata* spp., *Paratoria* spp., *Pemphigus* spp., *Planococcus* spp., *Pseudaulacaspis* spp., *Pseudococcus* spp., *Psylla* spp., *Pulvinaria aethiopica*, *Quadraspidotus* spp., *Rhopalosiphum* spp., *Saissetia* spp., *Scaphoideus* spp., *Schizaphis* spp., *Sitobion* spp.,

Trialeurodes vaporariorum, *Trioza erytreae* và *Unaspis citri*; các côn trùng của bộ Cánh Màng là, ví dụ, *Acromyrmex*, *Atta* spp., *Cephus* spp., *Diprion* spp., *Diprionidae*, *Gilpinia polytoma*, *Hoplocampa* spp., *Lasius* spp., *Monomorium pharaonis*, *Neodiprion* spp., *Solenopsis* spp. và *Vespa* spp.; các côn trùng của bộ Hai Cánh là, ví dụ, *Aedes* spp., *Antherigona soccata*, *Bibio hortulanus*, *Calliphora erythrocephala*, *Ceratitis* spp., *Chrysomyia* spp., *Culex* spp., *Cuterebra* spp., *Dacus* spp., *Drosophila melanogaster*, *Fannia* spp., *Gastrophilus* spp., *Glossina* spp., *Hypoderma* spp., *Hyppobosca* spp., *Liriomyza* spp., *Lucilia* spp., *Melanagromyza* spp., *Musca* spp., *Oestrus* spp., *Orseolia* spp., *Oscinella frit*, *Pegomyia hyoscyami*, *Phorbia* spp., *Rhagoletis pomonella*, *Sciara* spp., *Stomoxys* spp., *Tabanus* spp., *Tannia* spp., *Delia* spp., *Anopheles* spp. và *Tipula* spp.; các côn trùng của bộ Bọ Chết là, ví dụ, *Ceratophyllus* spp. và *Xenopsylla cheopis*; các côn trùng của bộ Ba Đuôi là, ví dụ, *Lepisma saccharina*; và trong số các đại diện của bộ Ve Bét, ví dụ, *Acarus siro*, *Aceria sheldoni*, *Aculus schlehtendali*, *Amblyomma* spp., *Argas* spp., *Boophilus* spp., *Brevipalpus* spp., *Bryobia praetiosa*, *Calipitimerus* spp., *Chorioptes* spp., *Dermanyssus gallinae*, *Eotetranychus carpini*, *Eriophyes* spp., *Hyalomma* spp., *Ixodes* spp., *Olygonychus pratensis*, *Ornithodoros* spp., *Panonychus* spp., *Phyllocoptruta oleivora*, *Polyphagotarsonemus latus*, *Psoroptes* spp., *Rhipicephalus* spp., *Rhizoglyphus* spp., *Sarcoptes* spp., *Tarsonemus* spp. và *Tetranychus* spp..

Trong trường hợp một hoặc nhiều chất diệt sinh vật gây hại (B) được sử dụng kết hợp với chất diệt sinh vật gây hại (A), thì chế phẩm theo sáng chế sẽ thích hợp cho việc không chế phổ các loài gây hại rộng hơn, như nấm, cỏ hoặc giun tròn.

Pesticide Manual ấn bản thứ 14 do British Crop Protection Council xuất bản năm 2006 cung cấp thông tin chi tiết về các loại chất diệt sinh vật gây hại.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ dưới đây minh họa sáng chế và đề cập đến các chất liệu dưới đây: AtloxTM 4913 là chất phân tán copolyme ghép acrylic được bán trên thị trường từ hãng Croda; CeliteTM 209 là bột biển được bán trên thị trường từ hãng Celite Corp.; DispergatorTM B là muối natri của dibutylnaphtalen được sulfonat hóa được mua từ hãng Ledertechnik GmbH; 2,6-di(*tert*-butyl)-4-metylphenol (BHT) được mua từ hãng

Sigma-Aldrich; emamectin benzoat loại kỹ thuật là chất diệt côn trùng được mua từ hãng Syngenta; GeroponTM T77 là natri N-metyl-N-oleyl taurat và GeroponTM TA72 là chất phân tán polycarboxylat đều được bán trên thị trường từ hãng Rhodia; IrganoxTM 245 là chất chống oxy hóa được bán trên thị trường bởi hãng Ciba Specialties; lactoza được sử dụng là hạt tạo viên nén khan được mua từ hãng Fonterra Excipients GmbH; MorwetTM D425 là muối natri của chất ngưng tụ naphtalen-formaldehyt đã được sulfonat hóa được bán trên thị trường bởi hãng Akzo Nobel; Oil Red OTM là thuốc nhuộm azo và được mua từ hãng Sigma-Aldrich; PergopakTM M là hạt polyme ure-formaldehyt được bán trên thị trường bởi hãng Albermarle Corp.; PolyfonTM H là natri lignosulfonat khối lượng phân tử cao được bán trên thị trường bởi hãng Meadwestvaco; ProxelTM GXL là dung dịch phân tán được trong nước của 1,2-benzisothiazol-3(2H)-on được bán trên thị trường bởi hãng Arch Biocides; RhodopolTM 23 là polyme sinh học polysacarit được bán trên thị trường bởi hãng Rhodia; RhodorsilTM EP6703 là bột silic chống bọt được bán trên thị trường bởi hãng Rhodia; SAGTM 1572 là nhũ tương dầu silic được bán trên thị trường bởi hãng GE Specialty Materials; SellogenTM DFL là natri alkyl naphtalen sulfonat được bán trên thị trường bởi hãng Cognis; SyncrowaxTM BB4 là sáp ong tổng hợp được bán trên thị trường bởi hãng Croda.; TinuvinTM 328 là chất hấp thụ UV thuộc nhóm hydroxyphenylbenzotriazol được bán trên thị trường bởi hãng BASF; UfoxaneTM 3A và UltrazineTM NA là natri lignosulfonat được bán trên thị trường bởi hãng Borregaard Industries; và ure, hạng kỹ thuật, được mua từ hãng Atochem.

Ví dụ 1

Ví dụ này mô tả quy trình phủ các hạt chất diệt sinh vật gây hại bằng hợp chất bảo vệ khỏi ánh sáng bằng cách sử dụng thiết bị nghiền bằng tia không khí được biến đổi như được mô tả trong WO04054718. Quy trình này được tiến hành dưới khí nitơ với áp suất bơm là 6,0 bar (600 kPa) (và áp suất của buồng nghiền của 5,0 bar (500 kPa). Emamectin benzoat loại kỹ thuật được cấp vào thiết bị nghiền ở mức thông lượng là 5,0kg trong mỗi giờ bằng cách sử dụng thiết bị tiếp bột trực vít đôi. Vòi bơm chất lỏng và bơm được gia nhiệt đến nhiệt độ cần thiết để duy trì vật liệu phủ ở dạng chất lỏng có thể phun được (nhiệt độ được trình bày ở dạng T. Bơm và T. Vòi trong bảng 1). Tốc độ bơm chất lỏng được biến đổi để kiểm soát độ dày màng phủ và áp suất

bơm chất lỏng được duy trì ở mức từ 4,5-5,0 bar (450-500 kPa). Các mẫu thu được của các hạt đã được phủ có kích cỡ hạt tính theo giá trị trung bình số là 1,5-3,0 μ m và D[0.9] (kích cỡ mà dưới mức đó 90% số hạt rơi xuống) là 4-7 μ m như được đo trong thể phân tán nước bằng phương pháp tán xạ ánh sáng laze (Malvern Mastersizer X).

Bảng 1 (Ví dụ 1F, 1K, 1L và 1M không thuộc sáng chế)

Ví dụ	% trọng lượng/khối lượng màng phủ ^(a)	Chế phẩm phủ	T. Bơm (°C)	T. Vòi (°C)	Tốc độ bơm ^(b)
1A	-	Không có (ví dụ so sánh)	-	-	-
1B	5,0	Irganox 245	100	110	260
1C	2,5	Irganox 245	100	110	125
1D	2,0	Irganox 245	100	110	100
1E	0,2	Irganox 245	100	110	10
1F	2,0	2,6-di(<i>tert</i> -butyl)-4-methylphenol (BHT)	90	100	100
1G	10,0	1 phần Irganox 245, 9 phần Syncrowax BB4	90	130	560
1H	2,5	1 phần Irganox 245, 9 phần Syncrowax BB4	90	130	125
1I	2,5	3 phần Irganox 245, 1 phần Oil Red O	120	120	125
1J	0,2	3 phần Irganox 245, 1 phần Oil Red O	120	120	10
1K	10	1 phần Oil Red O, 9 phần Syncrowax BB4	120	120	560
1L	5,0	Tinuvin 328	100	110	260
1M	10	Syncrowax BB4	120	120	560

(a) được biểu đạt ở dạng % khối lượng của tổng khối lượng của các hạt đã được phủ;

(b) Tốc độ bơm được kiểm soát bằng cách phân tích khối lượng tính theo đơn vị là g/giờ.

Ví dụ 2

Ví dụ này mô tả quy trình điều chế các chế phẩm bào chế dạng huyền phù đặc (SC) từ các hạt đã được phủ của ví dụ 1. Các mẫu được điều chế theo công thức [bảng 2a] và phương pháp dưới đây:

Bảng 2a

Hợp phần	Phần theo khối lượng
Các hạt được phủ	10 phần
Atlox 4913	2 phần
Morwet D425	1,25 phần
SAG 1572	0,3 phần
Propylen glycol	1 phần
Rhodopol 23	0,4 phần
Proxel GXL	0,1 phần
Nước máy	84,95 phần

Morwet D425 và Atlox 4913 được làm tan trong nước máy, SAG 1572 được bổ sung và bột chất diệt sinh vật gây hại đã được phủ theo bảng 1 được trộn vào với phương pháp trộn có năng lượng cao (máy trộn rôto-stato (quay-phần tĩnh) Polytron). Các hợp phần còn lại được bổ sung và trộn cho đến khi được phân tán đều. Bảng 2b thể hiện bột chất diệt sinh vật gây hại đã được phủ trong bảng 1 được sử dụng trong ví dụ này:

Bảng 2b (ví dụ 2G, 2H và 2I không thuộc sáng chế)

Ví dụ	Các hạt đã được phủ được sử dụng
2A	1A
2B	1C
2C	1E
2D	1I
2E	1J

Ví dụ	Các hạt đã được phủ được sử dụng
2F	1H
2G	1K
2H	1L
2I	1M

Ví dụ 3

Ví dụ này mô tả quy trình điều chế các chế phẩm bào chế hạt nhỏ tan được (SG) từ các hạt đã được phủ của ví dụ 1. Trước tiên, các hợp phần được trộn kỹ bằng cách sử dụng máy trộn bột (Eirich, quy mô phòng thí nghiệm) và sau đó, 9 phần nước theo khối lượng được bổ sung vào và trộn để tạo bột nhão có độ quánh dễ lở vụn. Bột nhão này được đùn ra bằng cách sử dụng máy đùn vòm cuốn (Fuji) được lắp với sàng có cỡ lỗ 0,6mm và sau đó, các hạt được làm khô trong máy sấy tầng sôi (Aeromatic) có sử dụng nhiệt độ đầu vào là 60°C. Tiếp tục việc làm khô cho đến khi đạt đến nhiệt độ đầu ra là 40°C. Các bảng 3a và 3b trình bày các công thức được sử dụng và mẫu nào từ ví dụ 1 được lấy:

Bảng 3a

Ví dụ	3A	3B	3C	3D
Các hạt được phủ từ ví dụ 1	1A	1B	1B	1A
	5 phần	5,25 phần	5,25 phần	5 phần
Geroxon T77	7,5 phần	7,5 phần		7,5 phần
Sellogen DFL	1 phần	1 phần	1 phần	1 phần
Polyfon H			7,5 phần	
Rhodorsil EP6703	0,1 phần	0,1 phần	0,1 phần	0,1 phần
Irganox 245				5 phần
Lactosa	đến 100 phần	đến 100 phần	đến 100 phần	đến 100 phần

Bảng 3b

Ví dụ	3E	3F	3G	3H	3I
Các hạt được phủ từ ví dụ 1	1A	1D	1D	1D	1G
	5 phần	5,1 phần	5,1 phần	5,1 phần	5,5 phần
Sopropon TA72	2 phần	2 phần	2 phần	2 phần	2 phần
Dispergator B	5 phần	5 phần	5 phần	5 phần	5 phần
Ufoxane 3A	10 phần	10 phần		10 phần	10 phần
Polyfon H			10 phần		
Rhodorsil EP6703	1 phần	1 phần	1 phần	1 phần	1 phần
Pergopak M	10 phần	10 phần	10 phần	10 phần	10 phần
Ure loại kỹ thuật	đến 100 phần	đến 100 phần	đến 100 phần	đến 100 phần	đến 100 phần

Ví dụ 4

Ví dụ này mô tả quy trình điều chế các chế phẩm bào chế hạt nhỏ có thể phân tán được trong nước (WG) từ các hạt đã được phủ của ví dụ 1 bằng cách sử dụng kỹ thuật tạo hạt sấy phun. Trộn Ultrazine NA và Celite 209 theo tỷ lệ được đưa ra trong bảng dưới đây vào 25-30 phần của nước theo khối lượng bằng cách sử dụng máy trộn rôto-stato (phần quay-phần tĩnh) có độ phân cắt cao và sau đó, cho hỗn hợp này đi qua máy nghiền bằng hạt bi (Dynomill, các hạt bi thủy tinh 2mm, mức nạp hạt bi 80%). Bổ sung Rhodorsil EP6703 vào, sau đó là bổ sung các hạt đã được phủ, các hạt này được phân tán hoàn toàn vào huyền phù đậm đặc bằng cách sử dụng máy trộn có độ phân cắt cao. Phun huyền phù đặc vào máy sấy phun (Glatt, WG4) thông qua vòi đồng trục 1,8mm ở tốc độ dòng chảy là 18 lít/giờ (1,8 bar (180 kPa)) bằng cách sử dụng thông lượng không khí làm khô là 250m³/giờ với nhiệt độ đầu vào là 90°C. Tiếp tục việc làm khô cho đến khi đạt được nhiệt độ đầu ra là 55°C.

Bảng 4 thể hiện các công thức được sử dụng và các mẫu nào từ ví dụ 1 được lấy:

Bảng 4

Ví dụ	4A	4B
Các hạt được phủ từ ví dụ 1	1A 5 phần	1D 5,1 phần
Ultrazine NA	30 phần	30 phần
Rhodorsil EP6703	1 phần	1 phần
Celite 209	đến 100 phần	đến 100 phần

Ví dụ 5

Ví dụ này chứng minh tính ổn định với ánh sáng được cải thiện của chế phẩm diệt sinh vật gây hại chứa các hạt đã được phủ. Pha loãng các chế phẩm bào chế được điều chế trong các ví dụ 2, 3 và 4 trong nước đã được khử ion để thu được 50mg emamectin benzoat trong mỗi lít. Đối với mỗi chế phẩm bào chế được thử nghiệm, nhỏ tám giọt cỡ 2 μ l lên bản kính bằng thủy tinh sạch và làm cho khô những giọt này trước khi được đẩy bằng bản kính thạch anh trong suốt đối với UV và đặt vào trong thiết bị Suntest (Hanau) để cho những giọt đó tiếp xúc với ánh sáng từ đèn xenon mô phỏng ánh sáng mặt trời. Sau khi tiếp xúc, bản kính được rửa bằng 10ml axetonitril/tetrahydrofuran/dung dịch axit phosphoric 0,1% (tỷ lệ 40/10/50 theo khối lượng) và tiếp đó, phân tích hàm lượng emamectin benzoat trong dung dịch rửa này bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao được nối với khối phổ kế. Chuẩn bị từ 5 đến 8 bản kính cho mỗi chế phẩm bào chế và cho tiếp xúc trong các khoảng thời gian khác nhau để tạo ra đường cong tổn hao về sự phân hủy do ánh sáng, đường cong này được sử dụng để tính thời gian bán hủy (T_{50}) của mỗi chế phẩm bào chế. Sự cải thiện về tính ổn định với ánh sáng của mỗi chế phẩm bào chế được biểu hiện ở dạng tỷ lệ giữa thời gian bán hủy của chế phẩm bào chế đó với thời gian bán hủy của ví dụ so sánh tương tự không được làm ổn định với ánh sáng. Proclaim™ 05SG là sản phẩm của hãng Syngenta và là chế phẩm hạt tan được chứa 50g/kg emamectin benzoat. Bảng 5 thể hiện các chế phẩm bào chế được sử dụng và đối với mỗi chế phẩm, lấy thời gian bán hủy của chế phẩm đó chia cho thời gian bán hủy của ví dụ so sánh:

Bảng 5 (ví dụ 2G, 2H và 2I không thuộc sáng chế)

Ví dụ	Màng phủ bảo vệ khỏi ánh sáng	T_{50} / T_{50} (so sánh) ^(a)
Proclaim 05SG	Không có	so sánh với 2B-F
2B	Irganox 245 2,5%	12,7
2C	Irganox 245 0,2%	8,9
2D	3 phần Irganox 245 2,5%, 1 phần Oil Red O	22,5
2E	3 phần Irganox 245 0,2%, 1 phần Oil Red O	10,0
2F	1 phần Irganox 245 2,5%, 9 phần Syncrowax BB4	14,2
2A	Không có	so sánh với 2G
2G	1 phần Oil Red O 10%, 9 phần Syncrowax BB4	2,3
2H	Tinuvin 328 5%	2,5
2I	Syncrowax BB4 10%	1,4
3A	Không có	so sánh với 3B-D
3B	Irganox 245 5%	3,6
3C	màng phủ Irganox 245 5% (Polyfon H 7,5% trong chế phẩm bào chế)	7,1
3D	Không có màng phủ, Irganox 245 5% trong chế phẩm bào chế	2,8
3E	Không có	so sánh với 3F-I
3F	Irganox 245 2%	1,1
3G	màng phủ Irganox 245 2% (Polyfon H 10% trong chế phẩm bào chế)	3,6
3H	BHT 2%	1,3
3I	1 phần Irganox 245 10%, 9 phần Syncrowax BB4	2,8
4A	Không có (Ultrazine NA 30% trong chế phẩm bào chế)	so sánh với 4B

Ví dụ	Màng phủ bảo vệ khỏi ánh sáng	$T_{50} / T_{50 \text{ (so sánh)}}^{(a)}$
4B	màng phủ Irganox 245 2% (Ultrazine NA 30% trong chế phẩm bảo chế)	2,2

- (a) Tỷ lệ giữa thời gian bán hủy của mẫu có chất diệt sinh vật gây hại được phủ và thời gian bán hủy của ví dụ so sánh.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm diệt sinh vật gây hại chứa chất diệt sinh vật gây hại (A) là emamectin benzoat và chất bảo vệ khỏi ánh sáng, trong đó mỗi hạt emamectin benzoat được phủ bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng này, đường kính trung bình của các hạt emamectin benzoat là từ 1 đến 10 μ m, trọng lượng của chất bảo vệ khỏi ánh sáng là từ 0,1 đến 20% tổng trọng lượng của các hạt emamectin benzoat cộng với chất bảo vệ khỏi ánh sáng, và trong đó chất bảo vệ khỏi ánh sáng là etylenbis(oxyetylen)bis-(3-(5-tert-butyl-4-hydroxy-m-tolyl)-propionat).
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó trọng lượng của chất bảo vệ khỏi ánh sáng là từ 1 đến 15% tổng trọng lượng của các hạt emamectin benzoat cộng với chất bảo vệ khỏi ánh sáng.
3. Chế phẩm theo điểm 2, trong đó trọng lượng của chất bảo vệ khỏi ánh sáng là từ 2 đến 10% tổng trọng lượng của các hạt emamectin benzoat cộng với chất bảo vệ khỏi ánh sáng.
4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3, trong đó chế phẩm này còn chứa một hoặc nhiều chất diệt sinh vật gây hại (B) mà không phải là avermectin.
5. Chế phẩm theo điểm 4, trong đó đường kính trung bình của các hạt chất diệt sinh vật gây hại (B) là từ 0,1 đến 100 μ m.
6. Chế phẩm bào chế là huyền phù đặc, hạt phân tán trong nước, bột thấm ướt hoặc thể phân tán chảy được trong dầu và chế phẩm bào chế này chứa chế phẩm như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.

7. Quy trình điều chế chế phẩm như được xác định trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5 bao gồm bước phủ trong đó màng phủ được đưa lên các bề mặt của các hạt chất diệt sinh vật gây hại theo phương thức có kiểm soát mà không có sự kết tụ các hạt đã nêu.

8. Hạt emamectin benzoat được phủ bằng chất bảo vệ khỏi ánh sáng, đường kính trung bình của hạt emamectin benzoat là từ 1 đến 10 μ m, tổng trọng lượng của chất bảo vệ khỏi ánh sáng là từ 0,1 đến 20% tổng trọng lượng của hạt emamectin benzoat cộng với chất bảo vệ khỏi ánh sáng, và trong đó chất bảo vệ khỏi ánh sáng là etylenbis(oxyetylen)bis-(3-(5-tert-butyl-4-hydroxy-m-tolyl)-propionat).