



(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)



1-0029628

(51)⁷ A01N 25/02; A01N 37/36; A01N 43/08; (13) B
C05G 3/00; A01N 59/16; A01P 21/00;
C05D 9/02; A01N 25/12; A01N 59/06

(21) 1-2015-04602

(22) 10/10/2013

(86) PCT/PL2013/000131 10/10/2013

(87) WO/2015/016724 05/02/2015

(30) P-404894 29/07/2013 PL

(45) 25/10/2021 403

(43) 27/06/2016 339A

(73) INTERMAG SP. Z O.O. (PL)

Al. 1000 Lecia 15G 32-300 Olkusz - Poland

(72) KARDASZ, Hubert (PL); CZAJA, Tadeusz (PL); WEGLARZ, Adam (PL).

(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK CO., LTD.)

(54) CHẾ PHẨM CHỨA TITAN VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa titan chứa sản phẩm của quá trình tạo phức titan từ titanyl sulfat với hỗn hợp bao gồm axit ascorbic và axit xitric trong môi trường nước được kiềm hóa bằng magie hydroxit, với sự có mặt đồng thời của axit axetic, ở tỷ lệ khối lượng của magie (được tính dưới dạng MgO)/titan nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1; axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5, tốt hơn là 2:1; axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là 4:1 đến 6:1; và magie hydroxit (được tính dưới dạng MgO)/axit axetic (được tính dưới dạng 100 % axit axetic) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5. Chế phẩm lỏng chứa titan theo sáng chế có độ pH nằm trong khoảng từ 2,5 đến 5,5. Ở dạng lỏng, tốt hơn là, chế phẩm này chứa Ti với hàm lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 25g Ti/1 và magie với hàm lượng lên đến 170g MgO/1. Chế phẩm dạng bột, mặt khác, thu được bằng cách làm khô dạng lỏng, chứa hàm lượng titan lên đến 65g Ti/kg và magie lên đến 200g MgO/kg. Sáng chế còn mô tả phương pháp điều chế chế phẩm chứa titan để sử dụng làm chất kích thích sự sinh trưởng của cây trong quá trình trồng cây.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa titan và phương pháp điều chế chế phẩm chứa titan được dùng trong quá trình trồng cây, cụ thể là trong nông nghiệp và nghề làm vườn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Titan đóng một vai trò quan trọng trong việc kích thích sự sinh trưởng và phát triển của thực vật. Như được mô tả bởi I. Pais trong ấn phẩm “The Biological Importance of Titanium” *J. Plant Nutr.* 6:3-133, 1983, titan thúc đẩy các quá trình sinh-hóa, quang hợp, và hô hấp của thực vật, và làm tăng sản lượng từ 10 đến 20% trong lúc hạn chế sự phát triển của một số bệnh do nấm gây ra. Dạng sử dụng được ưu tiên nhất của titan trong nông nghiệp và nghề làm vườn là phức chất titan với axit ascorbic và axit xitric, vì các hợp chất phức tạo ra có thể tan tốt trong nước, được hấp thụ nhanh và không độc đối với thực vật.

Bằng sáng chế Ba lan số PL 172871 B1 mô tả phân bón lỏng chứa titan và muối của nguyên tố vi lượng được tạo phức với axit ascorbic và axit xitric. Hàm lượng của các nguyên tố vi lượng theo % trọng lượng là như sau: titan nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,25, tổng của mangan, molybden, kẽm, sắt nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,4, và boron nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,9. Axit ascorbic và axit xitric được sử dụng với tỷ lệ 1:(0,02-1).

Đơn yêu cầu cấp bằng sáng chế Ba lan số PL 391564 A1 mô tả phương pháp điều chế phân bón chứa titan nhờ phản ứng của dung dịch nước chứa axit ascorbic và cacbonat kim loại kiềm và tạo phức titan từ dung dịch nước chứa muối titan.

Phương pháp này bao gồm bước bổ sung dung dịch chứa titanyl sulfat vào dung dịch nước chứa natri ascorbat và/hoặc kali có độ pH lớn hơn 9, sau khi đưa chất bảo quản ở dạng natri nitrit vào, và thực hiện quá trình tạo phức titan cho đến khi độ pH được làm ổn định ở mức nằm trong khoảng từ 5,5 đến 6. Sau đó, quá trình tạo phức bổ

sung, sử dụng titan và muối khoáng có mặt trong nước được thực hiện nhờ axit xitric, và độ pH của sản phẩm tạo ra được giảm đến giá trị nằm trong khoảng từ 4,7-5,0. Sáng chế còn đề cập đến phân bón, khác biệt ở chỗ, phân bón này chứa titan với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 10g/l ở dạng các phức chất sau: titan ascorbat và titan xitrat, tốt hơn là với tỷ lệ 85:15, và bổ sung natri nitrit với lượng khoảng 0,4%. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng sản phẩm làm phân bón dưới dạng thuốc phun mù dùng cho cây, cụ thể là trên cây dưa chuột, cây cà chua và cây cà tím trong giai đoạn trước và trong khi ra hoa. Phân bón này được sử dụng ở dạng dung dịch ở liều lượng 0,2l/ha (0,02ml/m²), đối với cây rau quả như cây cà chua và cây dưa chuột mỗi 14 ngày từ thời điểm ra rễ của cây giống con, và đối với ngũ cốc trong ba giai đoạn sinh trưởng: nảy mầm, kéo dài mầm và hình thành bông. Ngoài ra, phân bón này còn thích hợp để sử dụng phối hợp với các phân bón đa thành phần khác, với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,4% trong trường hợp của phân bón lỏng và từ 0,01 đến 0,05 trong trường hợp của phân bón tinh thể.

Bằng sáng chế Ba lan số PL 163688 B1 mô tả quy trình điều chế chế phẩm titan trong đó quy trình này bao gồm các bước điều chế phức chất của muối titan với axit ascorbic, trong đó chất ban đầu chứa axit ascorbic được cho vào nước ở 20°C, sau đó dung dịch tạo ra được tách ra khỏi môi trường, tốt hơn là, bằng cách bổ sung một lượng nhỏ natri cacbonat. Dung dịch được bảo vệ này được bổ sung dung dịch nước chứa muối titan, tốt hơn là chứa titanyl sulfat và sau đó một lượng nhỏ chất khử mạnh, tốt hơn là, ở dạng dung dịch chứa titan trichlorua, và hỗn hợp này được khuấy trong 30 phút. Dung dịch tạo ra được trung hòa, đầu tiên bằng dung dịch natri hydroxit, và trong giai đoạn cuối bằng dung dịch natri cacbonat, trong lúc duy trì độ pH của dung dịch ở mức ổn định bằng khoảng 3.

Các hợp chất chứa natri được sử dụng trong các dung dịch đã biết để trung hòa môi trường axit, như natri cacbonat, natri hydroxit, hoặc hỗn hợp của chúng, tạo ra natri sulfat, phản ứng với nhóm sulfat được tạo ra từ titanyl sulfat và axit sulfuric mà có tác dụng làm ổn định dung dịch chứa titanyl sulfat chống lại sự thủy phân. Hợp chất này (Na₂SO₄), khác biệt bởi độ tan thấp, cụ thể là ở nhiệt độ gần 0°C, làm cho khó bảo quản

sản phẩm ở nhiệt độ này, cụ thể là ở nhiệt độ dưới 0°C . Vấn đề nêu trên tăng khi hàm lượng titan tăng trong sản phẩm, đó là kết quả của việc sử dụng các chế phẩm đã biết có lượng chất mang titan ở dạng titanyl sulfat tăng trong quá trình sản xuất, kết quả là làm tăng lượng natri sulfat trong sản phẩm. Sự thật thì, một bất lợi nữa là khi hàm lượng titan tăng, thì hàm lượng natri sulfat trong sản phẩm làm cho không thể đưa nó vào chế phẩm titan đã biết chứa các chất dinh dưỡng bổ sung cho thực vật, ích lợi đối với thực vật, do độ bão hòa cao của dung dịch.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Ngạc nhiên là, nhận thấy rằng có thể hạn chế được vấn đề đi kèm với việc bảo quản ở nhiệt độ thấp của chế phẩm titan có hàm lượng titan tương đối cao, và đồng thời, có thể thu được sản phẩm titan ổn định, trong đó sản phẩm này dễ dàng trộn lẫn với các chế phẩm khác được sử dụng trong quá trình trồng trọt và trong phân bón, nếu hợp chất natri đã được sử dụng trong các phương pháp đã biết để trung hòa môi trường axit trong quá trình tạo phức titan từ titanyl sulfat bằng axit ascorbic và axit xitric được thay bằng các hợp chất kim loại khác, tốt hơn là chất dinh dưỡng đối với thực vật.

Ngạc nhiên là, các kết quả có lợi được phát hiện bằng cách sử dụng magie hydroxit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) theo sáng chế để trung hòa môi trường axit trong quá trình tạo phức titan bằng hỗn hợp bao gồm axit ascorbic và axit xitric, vì việc này cho phép loại bỏ hoàn toàn natri ra khỏi chế phẩm titan, trong lúc đó cho phép đưa magie, một chất dinh dưỡng cần thiết đối với sự sinh trưởng của cây, vào và thành phần chính là chlorophyl, sắc tố màu xanh của thực vật cần thiết trong quá trình quang hợp và hoạt hóa nhiều enzym.

Trong dung dịch này, 1mol magie (24g) đã đưa vào liên kết một nhóm sulfat (SO_4)⁻² vào magie sulfat (MgSO_4), trong lúc đó theo các giải pháp đã biết, việc trung hòa 1mol nhóm sulfat vào natri sulfat (Na_2SO_4) cần sử dụng 2mol natri, nghĩa là 46g.

Kết quả là, việc sử dụng magie ở dạng hydroxit đã bất ngờ cho phép thu được sản phẩm rất ổn định, cả ở nhiệt độ thấp và nhiệt độ cao. Như được thể hiện bởi các kết quả của thử nghiệm vật lý và hóa học, chế phẩm titan thu được theo cách như vậy ổn định ở

hiệt độ nằm trong khoảng từ -6 đến $+45^{\circ}\text{C}$. Đồng thời, sự có mặt của titan và magie trong chế phẩm có tác dụng có lợi đến sự sinh trưởng của cây.

Điều cốt yếu của sáng chế là ở chỗ trong quy trình tạo phức titan đã biết bằng hỗn hợp bao gồm axit ascorbic và axit xitric, magie hydroxit được sử dụng để trung hòa ion sulfat tự do, đồng thời là chất mang của magie. Hơn nữa, trong quá trình tạo phức titan, axit axetic được sử dụng đồng thời làm chất bảo quản có lợi mà cũng cho phép tăng đáng kể hàm lượng magie trong chế phẩm titan.

Mục đích của sáng chế là sự có mặt của magie ở dạng magie axetat trong chế phẩm titan theo sáng chế cho phép hạn chế các chất ngăn ngừa sự phát triển của nấm trên bề mặt của sản phẩm trong quá trình bảo quản được sử dụng trong các phương pháp khác có thể góp phần vào các tính chất diệt nấm của axetat.

Để đạt được mục đích trên đây, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm chứa titan theo điểm 1, phương pháp điều chế chế phẩm chứa titan theo điểm 6. Các phương án ưu tiên là đối tượng của các điểm phụ thuộc. Cụ thể, chế phẩm này chứa titan chứa phức chất của muối titan với axit ascorbic và axit xitric, chất bảo quản, và sulfat tan trong nước của kim loại có thể hấp thụ được bởi cây, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa sản phẩm của phản ứng tạo phức titan từ titanyl sulfat với hỗn hợp bao gồm axit ascorbic và axit xitric trong môi trường nước được kiềm hóa bằng magie hydroxit với sự có mặt đồng thời của axit axetic, ở tỷ lệ khối lượng của magie (tính dưới dạng MgO)/titan nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1; axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5; tốt hơn là 2:1; axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là từ 4:1 đến 6:1; và magie hydroxit (tính dưới dạng MgO)/axit axetic (tính dưới dạng axit axetic 100%) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5. Phương pháp điều chế chế phẩm chứa titan này bao gồm ít nhất bước điều chế phức chất của muối titan với axit ascorbic và axit xitric dưới dạng chất tạo phức titan, trong môi trường nước, có sử dụng titanyl sulfat làm nguồn titan, sử dụng chất kiềm hóa môi trường axit của phản ứng tạo phức titan, chất bảo quản, và tùy ý chất điều hòa độ pH, và bao gói dung dịch chế phẩm và/hoặc làm khô chế phẩm này, khác biệt ở chỗ, magie hydroxit được sử dụng làm chất kiềm hóa môi

trường axit của phản ứng tạo phức titan, và axit axetic được sử dụng đồng thời làm chất bảo quản làm tăng hàm lượng magie trong chế phẩm, trong đó phức chất titan với axit ascorbic và axit xitric thu được bằng cách tạo phức titanyl sulfat trong dung dịch nước chứa magie hydroxit, axit ascorbic và axit xitric, với sự có mặt đồng thời của axit axetic, ở tỷ lệ khối lượng của magie (tính dưới dạng MgO)/titan nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1; axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5, tốt hơn là 2:1; axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là từ 4:1 đến 6:1; và magie hydroxit (tính dưới dạng MgO)/axit axetic (tính dưới dạng axit axetic 100%) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo sáng chế, chế phẩm chứa titan chứa phức chất của muối titan với axit ascorbic và axit xitric, chất bảo quản, và sulfat tan trong nước của kim loại có thể hấp thụ được bởi cây, và tùy ý các chất dinh dưỡng khác nữa đối với cây, cụ thể là nitơ và kali, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa sản phẩm của phản ứng tạo phức titan từ titanyl sulfat với hỗn hợp bao gồm axit ascorbic và axit xitric trong môi trường nước được kiềm hóa bằng magie hydroxit, với sự có mặt đồng thời của axit axetic, ở tỷ lệ khối lượng như sau: magie (được tính dưới dạng MgO)/titan nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1; axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5, tốt hơn là 2:1; axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là từ 4:1 đến 6:1; và magie hydroxit (được tính dưới dạng MgO)/axit axetic (được tính dưới dạng axit axetic 100%) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5.

Chế phẩm này khác biệt ở chỗ ở dạng lỏng, nó có độ pH nằm trong khoảng từ 2,5 đến 5,5 và tốt hơn là chứa từ 2 đến 25g Ti/l và lên tới 170g MgO/l. Vì lý do chất lượng, tốt hơn nếu hàm lượng của titan trong chế phẩm lỏng là 8,5g Ti/l, và của magie là nằm trong khoảng từ 62 đến 65g MgO/l.

Mặt khác, chế phẩm dạng bột, thu được bằng cách làm khô dạng lỏng, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa titan với lượng lên tới 65g Ti/kg và magie với lượng lên tới 200g MgO/kg.

Theo sáng chế, phương pháp điều chế chế phẩm chứa titan bao gồm ít nhất một bước tạo phức chất của muối titan với axit ascorbic và axit xitric dưới dạng chất tạo phức titan trong môi trường nước có sử dụng titanyl sulfat làm nguồn titan, sử dụng chất kiềm hóa trong môi trường axit tạo ra từ việc sử dụng axit ascorbic, axit xitric và titanyl sulfat, sử dụng chất bảo quản, và tùy ý bước sử dụng chất điều hòa độ pH, và đóng gói dung dịch chế phẩm và/hoặc làm khô nó, khác biệt ở chỗ, magie hydroxit được sử dụng làm chất kiềm hóa của môi trường axit của phản ứng tạo phức titan, và axit axetic được sử dụng đồng thời làm chất bảo quản cho phép làm tăng hàm lượng magie trong chế phẩm titan, trong đó theo sáng chế, titan ascorbat và titan xitrat thu được bằng cách tạo phức của titanyl sulfat trong huyền phù trong nước chứa magie hydroxit, axit ascorbic và axit xitric ở tỷ lệ khối lượng magie (được tính dưới dạng MgO)/titan (Ti) nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1, với sự có mặt của axit axetic.

Đối với mục đích theo sáng chế, sau khi đưa magie hydroxit vào nước và thu được huyền phù đồng nhất, axit carboxylic, nghĩa là axit ascorbic, axit xitric, và axit axetic được đưa vào, ở tỷ lệ khối lượng sao cho tỷ lệ của axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5, tốt hơn là 2:1; tỷ lệ của axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4:1 đến 6:1; và tỷ lệ của lượng magie hydroxit (được tính dưới dạng MgO)/lượng axit axetic (được tính dưới dạng axit axetic 100%) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5.

Sau khi hòa tan hoàn toàn axit carboxylic trong huyền phù và phản ứng từng phần của chúng với magie hydroxit, trong lúc duy trì nhiệt độ, tốt hơn là, nằm trong khoảng từ 50 đến 60°C, dòng dung dịch chứa titanyl sulfat có tốc độ chậm được đưa vào và hỗn hợp này được khuấy cho đến khi thu được dung dịch trong suốt màu nâu có độ pH nằm trong khoảng từ 2,5 đến 5,5.

Vì titanyl sulfat (TiOSO_4) chứa lượng đáng kể (390-490g/l) axit sulfuric tự do, có tác dụng ngăn không cho sulfat thủy phân (kết quả là titan dioxit (TiO_2) có độ phản ứng thấp được tạo ra), axit carboxylic được đưa vào môi trường phản ứng chứa magie hydroxit trước khi đưa titanyl sulfat vào để ngăn sự tạo ra titan oxit không tan.

Sau khi phản ứng hoàn thành và hòa tan các thành phần đã thêm vào, tùy ý, độ pH cuối cùng của chế phẩm titan lỏng được điều hòa bằng cách bổ sung các chất như axit xitric và/hoặc axit axetic, monoetanolamin, hydroxit và/hoặc cacbonat của kim loại, tốt hơn là kali.

Tốt hơn là, sử dụng monoetanolamin (colamin) để điều chỉnh độ pH cuối cùng do nó có tính chất bổ sung là chelat hóa chất dinh dưỡng, và ngoài ra còn có tác dụng tích cực trong việc hạ thấp sức căng bề mặt của cả chế phẩm titan tạo ra và cái được gọi là “dung dịch làm việc” được điều chế trên các cơ sở của nó và được sử dụng để phun lên cây.

Cuối cùng, chế phẩm titan lỏng tạo ra được mang đi đóng gói hoặc làm khô.

Việc làm khô chế phẩm lỏng, tốt hơn là, được thực hiện bằng phương pháp phun.

Việc sử dụng magie hydroxit trong phương pháp theo sáng chế được phát hiện là có lợi một cách đáng ngạc nhiên. Điều này cho phép loại bỏ hoàn toàn hợp chất natri: natri hydroxit và/hoặc cacbonat, mà được sử dụng trong các dung dịch đã biết để liên kết nhóm sulfat của axit sulfuric tự do và nhóm sulfat được tạo ra từ titanyl sulfat trong quá trình tạo phức titan với axit ascorbic và xitric, và ngoài ra việc sử dụng magie hydroxit cho phép kiểm soát độ pH của sản phẩm cuối cùng.

Magie hydroxit, được sử dụng trong phương pháp này là chất kiềm hóa của môi trường phản ứng tạo phức titan, và còn là chất mang của magie, liên kết axit sulfuric tự do có mặt trong nguồn titan được tạo ra bởi dung dịch chứa titanyl sulfat và nhóm sulfat được tạo ra trong quy trình tạo phức titan.

Đã chứng minh được là có lợi khi sử dụng axit axetic để bảo vệ sản phẩm tạo ra chống lại sự phát triển của nấm cũng như điều chỉnh độ pH của chế phẩm cuối cùng. Đồng thời, việc sử dụng axit axetic làm chất bảo quản cho phép đưa các lượng đáng kể magie (lên tới 170g MgO/l) vào chế phẩm titan thu được, là kết quả của bước tạo ra magie axetat bằng phản ứng với magie hydroxit.

Chế phẩm titan lỏng được điều chế bằng phương pháp theo sáng chế, phụ thuộc

vào lượng titanyl sulfat được sử dụng, tốt hơn là, có hàm lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 25g Ti/l và lên tới 170g MgO/l.

Vì lý do chất lượng, theo phương pháp của sáng chế, tốt hơn là, titanyl sulfat được sử dụng với lượng sao cho hàm lượng titan trong chế phẩm cuối cùng bằng 8,5g Ti/l, và hàm lượng magie (được tính dưới dạng MgO) nằm trong khoảng từ 62 đến 65g MgO/l.

Mặt khác, chế phẩm dạng bột, thu được bằng phương pháp theo sáng chế sau khi làm khô dạng lỏng, có hàm lượng titan lên tới 65g Ti/kg và hàm lượng magie lên tới 200g MgO/kg.

Cả chế phẩm dạng lỏng và dạng bột đều có thể được sử dụng làm thành phần trong quá trình sản xuất phân bón hoặc các chất nông-hóa khác, do độ ổn định và độ trộn lẫn tốt của nó.

Nhận thấy rằng có lợi bất ngờ đối với sự sinh trưởng của cây khi sử dụng chế phẩm titan theo sáng chế như được xác định trên đây, trong đó cả titan và magie đều đồng thời có mặt.

Kết quả là việc sử dụng chế phẩm titan theo sáng chế trong việc trồng cây, sau khi hòa tan trước trong nước, bằng cách bón phân cho cây qua lá tạo ra các tác dụng có lợi bất ngờ trong việc kích thích sự sinh trưởng của cây, cũng là đối tượng của sáng chế.

Theo sáng chế, việc sử dụng chế phẩm chứa titan trong việc trồng cây làm chất kích thích sự sinh trưởng của cây, trong đó chế phẩm này chứa sản phẩm của phản ứng tạo phức titan từ titanyl sulfat với hỗn hợp bao gồm axit ascorbic và axit xitric trong môi trường nước được kiềm hóa bằng magie hydroxit, với sự có mặt đồng thời của axit axetic, ở tỷ lệ khối lượng như sau: magie (được tính dưới dạng MgO)/titan nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1; axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5, tốt hơn là 2:1; axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là từ 4:1 đến 6:1; và magie hydroxit (được tính dưới dạng MgO)/axit axetic (được tính dưới dạng axit axetic 100%) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5, là chế phẩm lỏng, sau khi làm loãng

trong nước, và chế phẩm dạng bột, sau khi hòa tan trong nước, được bón cho cây bằng cách phun lên lá, hoặc sử dụng hệ thống tưới phân, tốt hơn là ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 1,7 đến 5,5g Ti/ha ($0,17-0,55\text{mg Ti/m}^2$) (nghĩa là ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6l Ti/ha ($0,02-0,06\text{ml Ti/m}^2$), có sử dụng chế phẩm lỏng chứa Ti với hàm lượng 8,5g Ti/l), trong đó việc xử lý này được thực hiện từ 2 đến 4 liều hằng ngày, liều đầu tiên trong số đó được sử dụng ở thời điểm bắt đầu trồng cây, và cứ mỗi 10-14 ngày lại sử dụng liều tiếp theo.

Khi sử dụng chế phẩm theo sáng chế, tốt hơn là bổ sung phân bón chứa nguyên tố đại lượng và/hoặc nguyên tố vi lượng khác, hoặc hỗn hợp của chúng, cũng như các sản phẩm bảo vệ thực vật đã được làm loãng trước (thuốc diệt côn trùng) vào dung dịch chế phẩm đã được làm loãng, đã được chuẩn bị để tiến hành bằng cách phun lên lá cây hoặc nhờ hệ thống tưới phân.

Sáng chế đảm bảo thu được chế phẩm mà việc sử dụng chúng làm tăng độ quang hợp và hấp thu chất dinh dưỡng bởi cây, cụ thể là ngũ cốc và cây cải dầu, trong đó chế phẩm này được sử dụng cả trên lá và từ đất, như được xác nhận bởi nhiều năm thử nghiệm được thực hiện trên các lô thí nghiệm.

Hàm lượng cao của các thành phần có lợi đối với cây đạt được trong chế phẩm theo sáng chế là nhờ sự loại trừ hoàn toàn natri cacbonat và/hoặc natri hydroxit, mà đã được sử dụng trong nhiều phương pháp đã biết trong lĩnh vực này để kiềm hóa môi trường của phản ứng tạo phức titan bằng axit ascorbic và xitric, và hơn nữa nhờ việc sử dụng magie hydroxit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) thay cho hợp chất natri dưới dạng chất điều hòa môi trường của phản ứng tạo phức titan, và đồng thời là chất mang magie và kiểm soát độ pH cuối cùng của sản phẩm thu được, và cuối cùng là việc sử dụng hỗn hợp bao gồm các axit hữu cơ (carboxylic): axit xitric, ascorbic và axetic.

Đã biết được rằng theo các phương pháp hiện hành, các hợp chất natri được sử dụng để trung hòa môi trường axit để tạo ra natri sulfat chứa các nhóm sulfat, nghĩa là hợp chất (Na_2SO_4) có độ tan thấp trong nước, cụ thể là ở nhiệt độ thấp, gây khó khăn trong việc bảo quản chế phẩm titan ở nhiệt độ dưới 0°C . Hơn nữa, hàm lượng natri sulfat

cao không cho phép đưa vào các chất dinh dưỡng khác, trong trường hợp này là magie, cần thiết đối với sự sinh trưởng của cây, do độ bão hòa cao của dung dịch.

Đã biết rõ rằng magie, thành phần chính của clorophyl, chất màu xanh lá của thực vật là cần thiết đối với quá trình quang hợp và hoạt hóa nhiều enzym, chịu trách nhiệm hình thành clorophyl và sự quang hợp của thực vật, và là chất hoạt hóa nhiều enzym, trong lúc đó titan đóng một vai trò quan trọng trong việc kích thích sự sinh trưởng và phát triển của thực vật.

Tuy nhiên, các kết quả có lợi bất ngờ đối với sự kích thích quá trình sinh trưởng của cây nhận được bởi sự có mặt đồng thời của thành phần titan và magie theo các tỷ lệ như đã mô tả trên đây trong chế phẩm theo sáng chế.

Sự thật là toàn bộ các đặc tính nêu trên của chế phẩm theo sáng chế khi các chế phẩm này được sử dụng để bón cho cây nông nghiệp hoặc cây trong vườn, cụ thể là ở dạng phân bón lá, trong đó chế phẩm titan này được làm loãng một cách thích hợp cho phép tăng sản lượng và thu được chất lượng tốt hơn.

Chế phẩm tạo ra có độ ổn định cao ở nhiệt độ bảo quản thấp và cao, và đồng thời độ trộn lẫn tốt với các phân bón chứa nguyên tố đại lượng và nguyên tố vi lượng và các sản phẩm bảo vệ thực vật. Các tính chất này mang lại tiềm năng lớn để tạo ra nhiều tổ hợp phân bón mới ở dạng lỏng hoặc bột, trong đó cả hai dạng này đều dễ tan trong nước.

Dung dịch đã làm loãng chứa hỗn hợp phân bón với chế phẩm titan theo sáng chế có độ ổn định cao qua thời gian, và giá trị độ pH ở trong một khoảng rộng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được giải thích chi tiết trong các ví dụ dưới đây. Tuy nhiên, các ví dụ này không được cho là làm giới hạn bản chất của sáng chế hoặc thu hẹp phạm vi bảo hộ của sáng chế, do chúng chỉ được đưa ra để minh họa.

Ví dụ 1:

Điều chế chế phẩm titan lỏng chứa 8,5g Ti/l và 35g MgO/l.

720 lít nước ở nhiệt độ 20°C được rót vào thiết bị phản ứng đang được khuấy trộn và có khả năng làm lạnh, và sau khi bắt đầu khuấy trộn, 52,0kg magie hydroxit được thêm vào từng phần. Sau khi thu được huyền phù đồng nhất, 17,0kg axit xitric được thêm vào, và sau 30 phút, bổ sung 46,0kg axit ascorbic. Sau khi hòa tan hết, 170,0kg dung dịch titanyl sulfat chứa Ti với hàm lượng 50,0g/kg (hàm lượng Ti 67g/l) được thêm vào theo dòng chảy mảnh. Theo cách này, nhận được hỗn hợp phản ứng có độ pH bằng 7,8 ở dạng huyền phù chứa magie hydroxit trong dung dịch chứa phức chất thu được chứa titan và magie sulfat. Hỗn hợp phản ứng thu được theo cách như vậy được bổ sung dung dịch axit axetic 80% với lượng 9,5l dưới dạng dòng chảy mảnh. Việc định lượng được thực hiện trong lúc đó làm nguội hỗn hợp phản ứng và giữ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55 đến 60°C. Sau 50 phút thực hiện quá trình và bổ sung nước vào tới 1000 lít, thu được sản phẩm ở dạng dung dịch trong suốt màu nâu đỏ có độ pH cuối cùng bằng 4,5. Độ pH của sản phẩm cuối cùng được điều chỉnh bằng cách bổ sung 1,2kg axit xitric. Sau khi làm nguội và để yên, chế phẩm titan thu được được lọc và sau đó đóng gói.

Ví dụ 2:

Điều chế chế phẩm titan lỏng chứa Ti với hàm lượng 17g/l và MgO với hàm lượng 124g/l.

Trong bình phản ứng (như được xác định trên đây trong Ví dụ 1), 71,0kg axit xitric, và sau đó 90,0kg axit ascorbic được hòa tan trong 320 lít nước. Sau khi hòa tan xong, 185,5kg magie hydroxit được thêm vào từ từ từng lượng nhỏ, trong lúc đó làm nguội, và sau khi thu được huyền phù đồng nhất, một dòng chảy mảnh của dung dịch axit axetic 80% với lượng 320,0 lít được thêm vào rất chậm sao cho nhiệt độ không vượt quá 60°C. Sau 45 phút khuấy trộn, 185,2 lít dung dịch titanyl sulfat chứa Ti với hàm lượng 92,3g/l được thêm vào. Như trong trường hợp của việc định lượng axit axetic, nhờ bản chất tỏa nhiệt cao của quá trình này, việc bổ sung titanyl sulfat được thực hiện từ từ và với các lượng nhỏ, làm nguội hỗn hợp phản ứng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 55 đến 60°C. Độ pH cuối cùng được điều chỉnh bằng cách bổ sung axit axetic với

lượng 2,5l.

Ví dụ 3:

Điều chế chế phẩm titan dạng bột có hàm lượng Ti bằng 5,5% và hàm lượng MgO bằng 6,5%.

Trong thiết bị phản ứng (như được xác định trên đây) chứa 800 lít nước ở nhiệt độ 20°C, tiến hành hòa tan 46,0kg axit ascorbic và 20,0kg axit xitric. Dung dịch axit carboxylic thu được theo cách như vậy được bổ sung 15,0kg magie hydroxit theo các lượng nhỏ. Trong lúc đó khuấy trộn liên tục, sau khi phản ứng xong, magie hydroxit được thêm vào, và thu được dung dịch trong suốt, 94,0 lít dung dịch chứa titanyl sulfat chứa Ti với hàm lượng 92,0g/l được thêm vào theo một dòng mảnh. Quá trình này được thực hiện trong khoảng thời gian 50 phút, sau đó, 20,0kg kali cacbonat được thêm vào cho đến khi nhận được độ pH=4,5. Sau khi nhận được độ pH ổn định và dung dịch trong suốt, quá trình này kết thúc, và dung dịch chứa Ti với hàm lượng 8,5g/l và MgO với hàm lượng 10,1g/l được lọc và làm khô trong máy sấy khô tầng sôi. Chế phẩm titan thu được ở dạng hạt mịn chứa Ti với hàm lượng 5,5% và MgO với hàm lượng 6,5% (nghĩa là Ti với hàm lượng 55g/kg và MgO với hàm lượng 65g/kg).

Ví dụ 4:

Sử dụng chế phẩm titan trong quá trình trồng cây lúa mì và cây cải dầu.

Các thử nghiệm đáng tin cậy được thực hiện bởi Khoa nông-hóa và phân bón thực vật của trường đại học nông nghiệp Slovak (Agrochemistry and Plant Feeding Faculty of the Slovak Agricultural University) ở Nitra trong nhiều năm (nhiều mùa): 2009/2010, 2010/2011 và 2011/2012 trên các lô thử nghiệm ở thị trấn Bučany, Slovakia.

Các thử nghiệm được thực hiện trên nhiều loại cây lúa mì mùa đông ở Šarlota và nhiều loại cây cải dầu mùa đông ở Chagall. Các thử nghiệm bao gồm sử dụng chế phẩm titan theo sáng chế, chứa Ti với hàm lượng 8,5g/l và MgO với hàm lượng 62g/l trên các lô có diện tích 20m² làm 4 lần với 4 tổ hợp khác nhau. Các kết quả tốt nhất nhận được khi phun chế phẩm này lên lá ở liều lượng 0,20l/ha (0,02ml/m²) trong ba trường hợp:

- Trong trường hợp của cây lúa mì, quy trình thứ nhất được thực hiện ở giai đoạn BBCH 29 (cuối quá trình đâm chồi), quy trình thứ hai được thực hiện ở giai đoạn BBCH 32 (kéo dài mầm) và quy trình thứ ba được thực hiện ở giai đoạn BBCH 55- 59 (hình thành bông).
- Trong trường hợp của cây cải dầu, quy trình thứ nhất được thực hiện ở giai đoạn BBCH 50-53 (chồi màu xanh), quy trình thứ hai được thực hiện ở giai đoạn BBCH 59 (chồi màu vàng), và quy trình thứ ba được thực hiện ở giai đoạn BBCH 66-67 (ra hoa).

Các thử nghiệm được thực hiện trong cả ba mùa chứng minh:

- tăng sản lượng cây lúa mì trung bình từ 8% đến 15%;
- tăng sản lượng cây cải dầu trung bình từ 13% đến 24%.

Các thử nghiệm này xác nhận rằng có lợi đối với cây khi sử dụng chế phẩm được làm loãng bằng nước theo sáng chế có tác dụng sinh trưởng cây ở dạng phun lên lá, ở hàm lượng Ti ít nhất bằng 1,7g/ha ($0,17\text{mg/m}^2$) (nghĩa là ở liều lượng $0,02\text{ml/m}^2$ cùng với việc sử dụng chế phẩm lỏng chứa Ti với liều lượng 8,5g/l) trong 3 lần phun, lần phun thứ nhất được thực hiện ở thời điểm bắt đầu mọc (giai đoạn “cuối đâm chồi” đối với cây lúa mì và giai đoạn “chồi màu xanh” đối với cây cải dầu) và các lần phun tiếp theo ở khoảng thời gian từ 10-14 ngày (cho đến giai đoạn “hình thành bông” đối với cây lúa mì và giai đoạn “ra hoa” đối với cây cải dầu).

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chứa titan chứa phức chất của muối titan với axit ascorbic và axit xitric, chất bảo quản và sulfat tan trong nước của kim loại có thể hấp thụ được bởi cây, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa sản phẩm của phản ứng tạo phức titan từ titanyl sulfat với hỗn hợp bao gồm axit ascorbic và axit xitric trong môi trường nước được kiềm hóa bằng magie hydroxit với sự có mặt đồng thời của axit axetic, ở tỷ lệ khối lượng của magie (tính dưới dạng MgO)/titan nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1; axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5; tốt hơn là 2:1; axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là từ 4:1 đến 6:1; và magie hydroxit (tính dưới dạng MgO)/axit axetic (tính dưới dạng axit axetic 100%) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5.
2. Chế phẩm chứa titan theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ở dạng lỏng chế phẩm này có độ pH nằm trong khoảng từ 2,5 đến 5,5.
3. Chế phẩm chứa titan theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ở dạng lỏng chế phẩm này chứa Ti với hàm lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 25g Ti/l và magie với hàm lượng lên đến 170 g MgO/l.
4. Chế phẩm chứa titan theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ở dạng lỏng chế phẩm này chứa Ti với hàm lượng 8,5g Ti/l và magie với hàm lượng nằm trong khoảng từ 62 đến 65g MgO/l.
5. Chế phẩm chứa titan theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ở dạng bột chế phẩm này chứa Ti với hàm lượng lên đến 65g Ti/kg và magie với hàm lượng lên đến 200g MgO/kg.
6. Phương pháp điều chế chế phẩm chứa titan, trong đó phương pháp này bao gồm ít nhất bước điều chế phức chất của muối titan với axit ascorbic và axit xitric dưới dạng chất tạo phức titan, trong môi trường nước, có sử dụng titanyl sulfat làm nguồn titan, sử dụng chất kiềm hóa môi trường axit của phản ứng tạo phức titan, chất bảo quản, và tùy ý chất điều hòa độ pH, và bao gói dung dịch chế phẩm và/hoặc làm khô chế phẩm này, khác biệt ở chỗ, magie hydroxit được sử dụng làm chất kiềm hóa môi trường axit của phản ứng tạo phức titan, và axit axetic được sử dụng đồng thời làm chất bảo quản làm

tăng hàm lượng magie trong chế phẩm, trong đó phức chất titan với axit ascorbic và axit xitric thu được bằng cách tạo phức titanyl sulfat trong dung dịch nước chứa magie hydroxit, axit ascorbic và axit xitric, với sự có mặt đồng thời của axit axetic, ở tỷ lệ khối lượng của magie (tính dưới dạng MgO)/titan nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1; axit ascorbic/axit xitric nằm trong khoảng từ 5:1 đến 3:5, tốt hơn là 2:1; axit ascorbic/titan nằm trong khoảng từ 7:2 đến 10:1, tốt hơn là từ 4:1 đến 6:1; và magie hydroxit (tính dưới dạng MgO)/axit axetic (tính dưới dạng axit axetic 100%) nằm trong khoảng từ 8:1 đến 3:5.

7. Phương pháp theo điểm 6, khác biệt ở chỗ, các axit sau đây: axit ascorbic, axit xitric và axit axetic được đưa vào huyền phù trong nước đồng nhất chứa magie hydroxit, và sau khi hòa tan chúng hoàn toàn trong huyền phù và phản ứng một phần với magie hydroxit, trong lúc đó tốt hơn là giữ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 60°C, dung dịch titanyl sulfat được đưa vào qua dòng chảy chậm và hỗn hợp này được khuấy cho đến khi thu được dung dịch màu nâu trong suốt có độ pH nằm trong khoảng từ 2,5 đến 5,5, và sau đó, tùy ý, độ pH cuối cùng của chế phẩm lỏng chứa titan được điều hòa bằng cách bổ sung các chất như axit xitric và/hoặc axit axetic, monoetanolamin, hydroxit và/hoặc cacbonat của kim loại, tốt hơn là kali.

8. Phương pháp theo điểm 7, khác biệt ở chỗ, monoetanolamin được sử dụng để điều chỉnh độ pH cuối cùng của chế phẩm này.

9. Phương pháp theo điểm 7, khác biệt ở chỗ, chế phẩm titan lỏng này được bao gói.

10. Phương pháp theo điểm 7, khác biệt ở chỗ, chế phẩm titan lỏng được làm khô, tốt hơn là bằng phương pháp phun.