



(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)



1-0030216

(51)⁷ A01N 33/18; A01N 43/80; A01N 25/22; (13) B
A01N 25/28

(21) 1-2014-00401

(22) 29/09/2011

(86) PCT/IB2011/002280 29/09/2011

(87) WO 2013/021229 14/02/2013

(30) 2251/MUM/2011 10/08/2011 IN

(45) 25/11/2021 404

(43) 25/08/2014 317A

(73) UPL LIMITED (IN)

Uniphos House, Madhu Park, 11th Road, Khar (West), Mumbai 400 052, State of Maharashtra, India

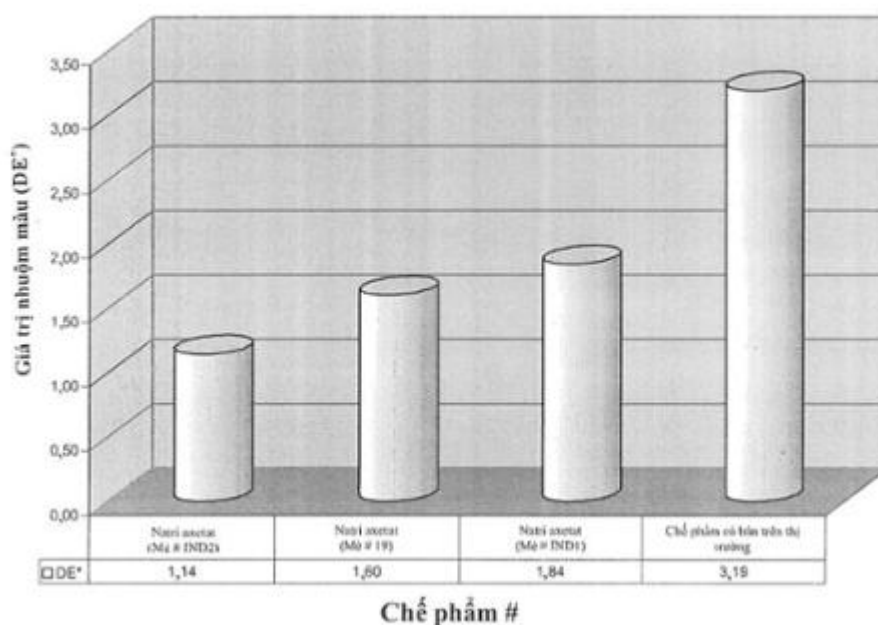
(72) SHROFF, Jaidev, Rajnikant (GB); SHROFF, Vikram, Rajnikant (GB); JADHAV, Prakash, Mahadev (IN); BECKER, Christian (FR).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) CHẾ PHẨM HUYỀN PHÙ DẠNG VIÊN NANG

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa pendimethalin được bao vi nang chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyme, màng polyme này được tạo ra tại chỗ bởi phản ứng polyme hóa mặt phân cách xảy ra giữa pha thứ nhất được phân tán trong pha thứ hai, ít nhất một trong số pha thứ nhất và pha thứ hai này khác biệt ở chỗ chứa lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; và lượng có tác dụng diệt cỏ của thuốc diệt cỏ thứ hai.

Nhuộm màu bằng dính



Lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa pendimethalin ở dạng kết hợp với clomazon. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm huyền phù dạng viên nang có độ bền bảo quản, đặc tính không nhuộm màu và không bay hơi được cải thiện chứa pendimethalin ở dạng kết hợp với clomazon.

Tình trạng kỹ thuật được đề cập

Pendimethalin là thuốc diệt cỏ dinitroanilin có công thức hóa học [n-(1-ethylpropyl)-3,4-dimethyl-2,6-dinitrobenzenamin). Nó được đăng ký lần đầu tiên để sử dụng ở Mỹ vào năm 1974. Nó là thuốc diệt cỏ chọn lọc mà phòng trừ cỏ lá rộng và loài cỏ dại trong mùa vụ và các vùng không trồng trọt. Nó được phun vào đất trước khi trồng, trước khi nảy mầm, và sau khi nảy mầm bằng thiết bị phun dưới đất và trên không.

Pendimethalin là chất rắn dạng tinh thể màu vàng cam có nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 54⁰C đến 58⁰C. Chất này dễ tan trong hydrocacbon được clo hóa và dung môi thơm như metylen clorua, axeton và xylen. Pendimethalin là ổn định dưới các điều kiện axit và kiềm.

Pendimethalin hiện nay là sẵn có trong các loại chế phẩm nông hóa khác nhau như dạng đậm đặc có thể nhũ hóa (21,9% đến 42,3%), dạng lỏng (34,4%), hạt (0,7% đến 2,0%), dạng đậm đặc/dạng lỏng tan trong nước (22,0%), dạng hạt phân tán trong nước, dạng khô dễ chảy (lên đến 60,0%), dạng huyền phù viên nang và dạng bột thấm nước (50,0%). Do đó, người bào chế có nhiều sự lựa chọn đối với chế phẩm sẵn có để điều chế chế phẩm mong muốn của pendimethalin.

Các chế phẩm khác nhau sử dụng cho sản phẩm nông hóa khác biệt về hiệu quả của chúng đối với loại cỏ mong muốn, ảnh hưởng đến khả năng chống chịu của vùng cỏ rộng và cây cảnh với thuốc diệt cỏ, khác biệt về ưu điểm chi phí của chúng, khác biệt về khả năng phân tán của thuốc diệt cỏ và cũng khác biệt về sự dễ dàng sử dụng và phù hợp với thiết bị sử dụng. Một thách thức khác đối với người bào chế là việc lựa chọn chất hoạt động bề mặt thích hợp. Chất hoạt động bề mặt được biết là làm tăng tốc độ hấp thụ của thuốc diệt cỏ ở các loài cỏ dại nhưng cũng làm tăng khả năng gây tổn thương thực vật đối với thực vật mong muốn trong khi phân tán thuốc diệt cỏ. Một thách thức khác trước

khi người bào chế có kỹ năng đặt ra để thu được chế phẩm chứa pendimethalin là lựa chọn chế phẩm dạng hạt hoặc dạng phun.

Pendimethalin thường có bán trên thị trường ở cả dạng hạt và dạng phun, mà có thể khác biệt về mức độ phòng trừ cỏ dại. Tuy nhiên, thường thuận lợi để thu được chế phẩm dạng phun chứa thuốc diệt cỏ nhất định do các ưu điểm vốn có của chế phẩm dạng phun.

Chế phẩm dạng hạt thể hiện sự hấp thụ trên lá tương đối thấp do hầu hết các hạt được sử dụng bị rơi qua tán lá xuống dưới đất. Ngược lại, sản phẩm dạng phun đạt được sự bao phủ tốt và bám dính tốt hơn với lá, tạo ra hiệu quả phòng trừ cỏ dại khá tốt. Cũng thấy rằng sản phẩm dạng hạt chứa lượng thành phần tro tương đối lớn hơn so với chế phẩm dạng phun. Do đó, lượng sản phẩm được bào chế để phân phối cùng liều lượng thành phần hoạt tính với dạng hạt là lớn hơn dẫn đến chi phí vận chuyển và đóng gói cao hơn.

Ưu điểm của chế phẩm dạng phun so với chế phẩm dạng hạt là chế phẩm dạng phun đạt được độ đồng nhất hơn. Chế phẩm dạng hạt thường khó để sử dụng một cách đồng đều, đặc biệt là chúng chứa nồng độ thành phần hoạt tính tương đối cao. Do đó, việc bào chế chế phẩm dạng phun các sản phẩm hóa nông này thường có ưu điểm hơn.

Tuy nhiên, độc tính với thực vật của một số chế phẩm dạng phun chứa pendimethalin đã được báo cáo. Do đó, cần tạo ra chế phẩm chứa pendimethalin mà không biểu hiện hoặc làm giảm mức độ độc tính với thực vật.

Một thách thức khác liên quan đến thuốc diệt cỏ dinitroanilin, và pendimethalin cụ thể, là khả năng nhuộm màu lõi đi và các vị trí khác nơi mà thuốc diệt cỏ được sử dụng. Thuốc diệt cỏ có thành phần hoạt tính của nhóm dinitroanilin có màu hơi vàng hoặc hơi vàng-cam. Cũng biết thêm rằng chế phẩm dạng hạt thường không làm nhuộm màu trầm trọng, trong khi đó chế phẩm dạng lỏng có thể gây ra sự nhuộm màu nghiêm trọng hơn. Ngoài ra, dạng hạt dễ quét hoặc thổi ra khỏi bề mặt bê tông, trong khi đó lượng chế phẩm phun quá mức cần được rửa sạch trước khi chế phẩm khô. Do đó, cần có chế phẩm dạng phun chứa pendimethalin mà về cơ bản là làm giảm sự tác động của việc nhuộm màu.

US 4 871 392 nêu tình trạng kỹ thuật của nó, mà pendimethalin được biết là tồn tại ở dạng đa hình là tinh thể màu cam và vàng. Sáng chế này còn đề xuất rằng

pendimethalin là thuốc diệt loài gây hại mà khó để bào chế một phần do vấn đề nhuộm màu duy nhất liên quan đến nó. Sáng chế này cũng đề xuất sự có mặt của pendimethalin ở dạng tinh thể lớn màu cam tạo ra tinh thể lớn được kéo dài trong chế phẩm cuối cùng. Ngoài ra, khi pendimethalin ở dạng tinh thể lớn màu cam được phát hiện trong các chế phẩm, tinh thể rất lớn, dài (dài khoảng 3000 micron) xuất hiện trong sản phẩm cuối cùng, dẫn đến tính không ổn định, khó khăn trong việc xử lý và việc không chắc chắn khi sử dụng ngoài việc nhuộm màu nghiêm trọng do tạo hợp chất gây tắc cứng vòi phun.

US 5 705 174 bộc lộ chế phẩm pendimethalin được bao vi nang, tức là, chế phẩm nước đậm đặc của hạt pendimethalin mà được bao nang bằng vật liệu màng polyme, mà thể hiện xu hướng giảm trong việc tạo ra tinh thể lớn. Các chế phẩm này cũng có độ bền bảo quản được cải thiện. Không may là, người ta thấy rằng việc bao vi nang của pendimethalin có xu hướng làm chậm việc giải phóng thành phần hoạt tính. US'174 mô tả chế phẩm huyền phù nước dạng viên nang của pendimethalin, mà chứa khoảng 456 gam thành phần hoạt tính mỗi lít. Việc bao nang pendimethalin cho phép loại bỏ dung môi hữu cơ trong sản phẩm. Việc loại bỏ dung môi hữu cơ làm giảm mùi, nhuộm màu đến mức độ nào đó, tính bay hơi và sự bám dính phần dư lên bề mặt được so với chế phẩm dạng đậm đặc có thể nhũ hóa của pendimethalin hiện có. Ngoài ra, chế phẩm pendimethalin được bao vi nang là ổn định dưới điều kiện đông lạnh và rã đông và tương ứng với phân bón dạng lỏng và khô. Tuy nhiên, các vấn đề về nhuộm màu, độc tính với thực vật và tính ăn mòn đang tồn tại không được giải quyết một cách thích hợp bởi phần bộc lộ của US 5 705 174.

Ngoài ra, sáng chế này về cơ bản là đề xuất chế phẩm được bao vi nang của pendimethalin chứa muối vô cơ, được bổ sung trước khi tạo thành vi nang. Đã bộc lộ rằng việc bổ sung muối vô cơ hoặc hỗn hợp của chúng trước khi tạo thành vi nang làm cho vi nang sạch hơn một cách rõ ràng do nhiều thành phần hoạt tính có màu hơn được bao nang, mà do đó không thể nhuộm màu bề mặt ngoài của vi nang. Các vi nang này cũng được biết là ít có xu hướng bị nứt vỡ hơn vi nang được điều chế bằng các phương pháp thông thường. Ví dụ về các muối vô cơ được tạo ra từ sáng chế này là natri clorua, canxi clorua, kali clorua, natri nitrat, magie sulfat và/hoặc natri sulfat.

Tuy nhiên, các muối vô cơ này không phải không có các bất lợi khác. Việc sử dụng muối vô cơ như natri clorua ngay cả đến lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến

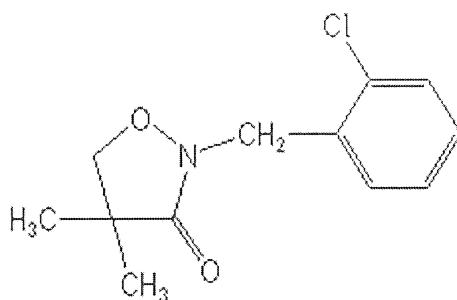
0,5% đã thể hiện là làm trầm trọng thêm độc tính với thực vật hiện có của pendimethalin mà hiển nhiên trong tài liệu “Sodium and chloride ions contribute synergistically to salt toxicity in wheat”, *Biologia Plantarum*, 37 (2); 265 – 271, 1995. Trong sáng chế này, Martin et al., đã nghiên cứu tác dụng của việc cung cấp lượng dư muối khoáng, bao gồm natri làm cation và khoáng anion trái dấu, bao gồm clorua đối với sự sinh trưởng và khả năng quang tổng hợp của lúa mì làm bánh mì dễ bị ảnh hưởng muối. Đã phát hiện ra rằng tác dụng hiệp đồng của natri và các kim loại kiềm và kiềm thổ khác với clo thể hiện rằng không chỉ mình ion này chịu trách nhiệm đối với sự hư hại ở thực vật gây ra bởi áp lực muối.

Ngoài ra, các muối vô cơ phân ly và/hoặc hòa tan trong nước và tăng độ cứng của nước. Độ cứng của nước tăng còn làm giảm nhiệt độ và độ bền huyền phù của pendimethalin được bao vi nang. Ngoài ra, màng viên nang polyme của pendimethalin được bao vi nang theo sáng chế vẫn dễ bị nứt vỡ đến mức có thể nhìn thấy được. Do đó, vấn đề nhuộm màu tiếp tục là nguyên nhân bất lợi của các tình trạng tồn tại trong tình trạng kỹ thuật.

Trong lĩnh vực này vẫn cần có chế phẩm được bao vi nang của pendimethalin có đặc tính không nhuộm màu được cải thiện với các vấn đề độc tính với thực vật được giảm.

Clomazon là tên thông thường của thuốc diệt cỏ 2-(2-clorophenyl) metyl-4, 4-dimetyl-3-isoxazolinon. Nó từ không màu đến màu nâu nhạt và là dạng lỏng nhớt trên nhiệt độ phòng, mà tạo ra chất rắn tinh thể màu trắng khi được làm mát. Về bản chất nó không dễ cháy.

Clomazon có cấu trúc hóa học như sau:



Clomazon là thuốc diệt cỏ hiệu quả cao, nhưng đáng tiếc là cũng rất dễ bay hơi. Lượng clomazon được sử dụng cho đất trong vùng hướng đích có thể di chuyển sang các

vùng lân cận và gây biến màu. Việc biến màu này thường ở dạng làm trắng hoặc một số mức độ của tẩy trắng, của nhiều loại cây trồng, cây xanh, hoặc cây cảnh. Sự tẩy trắng này, nó cũng chỉ ra kiểu tác động của thuốc diệt cỏ, có thể là tạm thời khi cây tiếp xúc với nồng độ đủ thấp. Tuy nhiên, sự tẩy trắng của cây trồng, cây xanh hoặc cây cảnh là sự kiện không mong muốn ngay cả khi nó không gây ra sự phá hoại đối với cây.

Clomazon là thuốc diệt cỏ phổ rộng được sử dụng để phòng trừ cỏ hàng năm và cỏ lá rộng ở bông, đậu hà lan, bí đỏ, rau, khoai lang, thuốc lá, bí mùa đông và cánh đồng lúa mì hoang. Có thể được sử dụng sớm trước khi trồng, trước khi nảy mầm hoặc trước khi trồng được kết hợp phụ thuộc vào cây trồng, vùng địa lý và thời gian. Do clomazon là chất ức chế sắc tố thực vật, nên người sử dụng phải thực hiện cẩn trọng để tránh phân tán hoặc bay hơi mà có thể gây ra sự tẩy trắng gây hại cho lá không phải là đích.

Clomazon là tương đối bền với sự phân hủy bởi ánh sáng UV. Nó rất dễ bay hơi và có thể phân tán trong hoặc sau khi sử dụng, gây hại cho, cây dễ bị ảnh hưởng, không phải là đích như cây cảnh và cây bụi, hoa hồng, hạt nhỏ, cỏ linh lăng, hướng dương, và rau. Clomazon tan ít trong nước, nhưng nó có xu hướng vừa phải trong việc hấp phụ vào các hạt đất. Do đó, nó có khả năng gây ô nhiễm cho nước ngầm ở mức từ thấp đến vừa.

Đến nay, chế phẩm dạng đậm đặc có thể nhũ hóa không được bao nang của clomazon là sẵn có. Tuy nhiên, khi sử dụng các dạng đậm đặc có thể nhũ hóa thông thường, các thực vật nhạy cảm nằm xung quanh các đích áp dụng dự định đã biểu hiện các mức độ làm trắng khác nhau do tính bay hơi cao của clomazon. Do đó, chế phẩm được bao nang của clomazon mong muốn mà được cho là có khả năng làm giảm tính bay hơi của clomazon và cải thiện việc phân phối thành phần hoạt tính đến thực vật đích.

Nỗ lực để điều chế chế phẩm clomazon được bao nang bằng cách bao nang clomazon trong vỏ polyure và polyamit polyme thường xuyên khiến cho chế phẩm không chỉ làm giảm một ít hoặc không làm giảm tính bay hơi, mà còn có đặc tính vật lý kém như việc kết tụ không mong muốn của viên nang hoặc sự tách pha hoặc làm vỡ màng bọc viên nang khi phun mà khiến cho thất bại trong việc đạt được sự làm giảm tính bay hơi. Do đó, mong muốn tạo ra chế phẩm diệt cỏ có tính mềm dẻo của màng vỏ polyme được cải thiện để đạt được tốc độ giải phóng chấp nhận được của thành phần hoạt tính clomazon. Được cho là việc cải thiện tính mềm dẻo của màng vỏ polyme về cơ bản sẽ

làm giảm sự thấm qua của lớp vỏ với thành phần hoạt tính và có khả năng hạn chế sự nứt vỡ lớp vỏ viên nang khi phun, mà do đó sẽ làm giảm đáng kể tính bay hơi của chế phẩm.

Một thách thức khác khi bao nang clomazon là độ tan trong nước của nó khá cao. Các phương pháp bao nang đã biết liên quan đến phản ứng giữa pha nước và pha hữu cơ. Đã phát hiện ra rằng độ tan thấp/vừa phải của clomazon trong nước sẽ làm cho các giọt kém xác định và cũng làm tăng lượng thành phần hoạt tính tự do trong pha nước. Lượng clomazon trong pha nước tăng có thể góp phần làm tăng việc sử dụng clomazon có “tác dụng nổ” ban đầu do đó làm trầm trọng thêm nguy cơ độc tính với thực vật ở cây và gây tổn thương không phải là đích do tính bay hơi của clomazon tự do.

US 5,583,090 mô tả chế phẩm diệt cỏ dễ phun chứa chất lỏng dạng nước được tạo huyền phù trong đó nhiều vi nang rắn có vỏ viên nang bằng polyme xốp bao nang clomazon được hòa tan trong dung môi hữu cơ trơ có nhiệt độ sôi cao.

US 5,597,780 mô tả quy trình điều chế chế phẩm có tác dụng diệt cỏ của clomazon bằng cách bao vi nang clomazon bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách giữa pha nước và pha hữu cơ. Pha hữu cơ về cơ bản chứa dung môi hydrocacbon.

Các sáng chế này bộc lộ rằng khi chế phẩm được đề cập trong đó được phun lên một mảnh đất nhỏ trồng rau, việc dịch chuyển hơi của thuốc diệt cỏ sang mảnh đất nhỏ trồng rau bên cạnh được ngăn ngừa một cách hiệu quả mà không ảnh hưởng đáng kể đến tác dụng diệt cỏ của thuốc diệt cỏ trong mảnh đất nhỏ mà nó được phun. Tuy nhiên, vẫn đề làm giảm tính thấm của màng vỏ polyme với thành phần hoạt tính do đó hạn chế sự nứt vỡ của lớp vỏ viên nang khi phun và làm giảm đáng kể tính bay hơi của chế phẩm được bao vi nang của clomazon vẫn còn vấn đề. Hơn nữa, vấn đề này tiếp tục duy trì không phụ thuộc bản chất hóa học của màng vỏ polyme như polyamit, polyure, polyuretan, polycacbonat, nhựa melamin, nhựa melamin ure, gelatin/gôm arabic hoặc hỗn hợp được liên kết ngang hoặc không được tạo liên kết ngang của chúng. Ngoài ra, việc sử dụng dung môi hữu cơ không phải luôn mong muốn.

Các cơ quan chức năng trên thế giới đang chậm trễ trong việc đưa ra giới hạn nghiêm ngặt về lượng và việc lựa chọn dung môi trong chế phẩm. Dung môi hữu cơ thường được sử dụng trong chế phẩm diệt loài gây hại thường có điểm sôi thấp và dễ bay

hơi hoặc có thể được loại bỏ bằng cách chưng cất, để lại chất được hòa tan sau đó. Dung môi thường là dạng lỏng trong suốt và không màu và có thể có mùi đặc trưng.

Áp suất bay hơi thấp của các dung môi thông thường thường khiến cho chúng trở nên nguy hiểm do các dung môi này dễ bay hơi vào trong không khí tiếp xúc với công nhân nhà máy hít vào chất độc hại này. Ngoài ra, một số dung môi góp phần vào sự hư hại cho áp suất khí quyển do chúng cuối cùng bị oxy hóa và tạo ra cacbon dioxit, khí nhà kính với khả năng tác động đến sự ấm lên toàn cầu.

Hầu hết dung môi hữu cơ có tỷ trọng thấp hơn nước, có nghĩa là chúng nhẹ hơn và sẽ tạo ra lớp phân tách trên mặt nước. Hơn nữa, hầu hết dung môi hữu cơ là dễ cháy hoặc rất dễ cháy, phụ thuộc vào tính bay hơi của chúng. Hỗn hợp hơi dung môi và không khí có thể nổ. Hơi dung môi là nặng hơn không khí, chúng sẽ chìm xuống đáy và có thể di chuyển một khoảng cách lớn gần như không được pha loãng. Nhiều dung môi có thể dẫn đến việc mất nhận thức đột ngột nếu bị hít vào với lượng lớn.

Con đường chủ yếu dẫn tới các ảnh hưởng bất lợi cho sức khỏe gây ra từ việc làm đổ hoặc rò rỉ dung môi mà đi vào đất lớp dưới. Do dung môi dễ dàng di chuyển khá xa, nên việc tạo ra sự ô nhiễm đất lan rộng là không bình thường. Điều này đặc biệt rủi ro cho sức khỏe nếu tầng ngầm nước bị ô nhiễm. Một số dung môi chứa clorofom và benzen là chất gây ung thư. Nhiều chất khác có thể hủy hoại cơ quan bên trong như gan, thận, hoặc não.

Trong các chế phẩm hóa nông, dung môi hữu cơ thường có mặt với lượng nhỏ hơn và/hoặc lớn hơn phụ thuộc vào loại chế phẩm và các sản phẩm hóa nông. Việc sử dụng dung môi hữu cơ thông thường có các vấn đề khi sử dụng, sản xuất, bảo quản, vận chuyển dung môi và sản phẩm chứa chúng.

Thông thường, các chế phẩm hóa nông đặc biệt là dạng lỏng chứa dung môi vô cơ hoặc hữu cơ. Hầu hết các dung môi hữu cơ đã biết được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật là không có khả năng phân hủy sinh học và rất dễ cháy. Các chế phẩm hóa nông trên cơ sở dung môi hữu cơ thường sử dụng dung môi mà tốt hơn là không dễ trộn lẫn với nước để hòa tan thành phần hoạt tính một cách hoàn toàn và tạo ra dạng lỏng đồng nhất trong suốt tự do từ chất bên ngoài. Theo cách khác, dung môi hữu cơ thường có nhiệt độ cháy thấp, không có khả năng phân hủy sinh học, gây kích ứng da và có tốc độ bay hơi trung

bình hoặc cao v.v., nhưng tạo ra dạng lỏng đồng nhất trong suốt. Các hợp phần hóa nông đã biết còn bao gồm ít nhất là chất hoạt động bề mặt trong đó tính năng và liều lượng của chất hoạt động bề mặt được chứa được tính theo hàm lượng hoạt tính và dung môi trong chế phẩm, loại thành phần hoạt tính, và độ tan của thành phần hoạt tính trong dung môi và tính năng như tương yêu cầu của sản phẩm cuối. Trong nhiều trường hợp, tính năng của như tương được thể hiện bởi dung môi hữu cơ có thể vượt trội hơn so với dung môi vô cơ. Tuy nhiên, có các thách thức nhất định đối với việc sử dụng dung môi do dung môi được sử dụng không có khả năng phân hủy sinh học và cũng cần lượng lớn chất hoạt động bề mặt để nhũ hóa chế phẩm trong khi pha loãng, trước khi sử dụng cho cây trồng. Với dung môi hữu cơ, trong khi sản xuất, đóng gói, bảo quản, vận chuyển và sử dụng xuất hiện sự rủi ro của việc kích ứng da, tính không phân hủy sinh học, dễ bắt lửa, ô nhiễm không khí và đất.

Ngoài ra, các cơ quan chức năng trên thế giới hiện nay đang xem xét việc mô tả công khai tất cả thành phần tro của thuốc diệt loài gây hại bao gồm dung môi. Các cơ quan chức năng quy định điều này là bắt buộc để nhận biết tất cả thành phần tro bao gồm dung môi v.v., trên nhãn sản phẩm. Do đó, chế phẩm mà về cơ bản làm giảm hoặc loại bỏ hoàn toàn sự cần thiết của dung môi hữu cơ có mặt trong chế phẩm và do đó có thể phân hủy sinh học một cách hoàn toàn sẽ là chế phẩm được mong muốn từ quan điểm chấp nhận được của cơ quan quản lý và người tiêu dùng.

Do đó, vẫn cần có trong lĩnh vực kỹ thuật chế phẩm nông hóa mà không có dung môi hữu cơ hoặc chứa dung môi hữu cơ với lượng cần thiết tối thiểu. Sáng chế được mô tả ở đây đề xuất chế phẩm nông hóa như vậy.

Thường mong muốn điều chế chế phẩm của các sản phẩm hóa nông có tính bay hơi tối thiểu để làm giảm tỷ lệ tổn thương vị trí cách xa vị trí dùng chế phẩm để tránh hoạt động diệt loài gây hại không được dự tính bất kỳ. Tính bay hơi của các chế phẩm hóa nông được biết là gây ra các tổn thương không được dự tính cho nhiều vị trí cách xa vị trí dùng chế phẩm. Do đó, đây là một thách thức khác trong lĩnh vực để điều chế chế phẩm có độ bền bảo quản của các sản phẩm hóa nông có tính bay hơi về cơ bản được làm giảm mà không làm ảnh hưởng đến các đặc tính mong muốn khác của chế phẩm.

Việc sử dụng dạng kết hợp các thuốc diệt cỏ là một thực tế phổ biến và được nêu trong tài liệu trong nông nghiệp. Dạng kết hợp của các thuốc diệt cỏ tạo ra ưu điểm đáng

kể so với việc sử dụng riêng rẽ bao gồm việc phòng trừ cỏ dại được cải thiện và được kéo dài, tỷ lệ thuốc diệt cỏ và chi phí sử dụng giảm, thời gian tiếp xúc ngắn hơn cho kết quả được cải thiện trong nước chảy, giới hạn sử dụng ít nghiêm ngặt, khả năng chọn lọc được cải thiện, phổ cỏ dại được phòng trừ được cải thiện, chi phí giảm và các vấn đề dư lượng giảm. Tuy nhiên, việc nhận biết tỷ lệ sử dụng và sự kết hợp thuốc diệt cỏ thích hợp là cần thiết để đạt được việc phòng trừ cỏ hiệp đồng. Các vấn đề riêng rẽ khác nhau được thảo luận ở trên đối với pendimethalin và clomazon khiến chúng thêm khó khăn với người bào chế có kỹ năng để bào chế đồng thời hai thuốc diệt cỏ theo cách đồng thời làm giảm sự nhuộm màu của pendimethalin và tính bay hơi của clomazon.

Bài báo Effect of 18% pendimethalin + clomazone WP against weeds in transplanted rice, XU Xiu-jie, Zhang Xiang-quan (Jilin Yiheng Pesticide Co. Ltd., Jilin Gongzhuling 136100, China; Jilin Ruiye Pesticide Co. Ltd., Jilin Gongzhuling 136100, China) đã đánh giá việc phòng trừ của 18% pendimethalin + clomazon WP kháng cỏ ở lúa đã được cấy. Đã phát hiện ra rằng sự phòng trừ cỏ dại tuyệt vời đạt được khi 18% pendimethalin + Clomazon WP được sử dụng từ 5 đến 7 ngày sau khi cấy và với liều lượng bằng 0,175 – 0,351 kg/hm². Sự tham khảo này không giải quyết được vấn đề nhuộm màu liên quan đến pendimethalin và tính bay hơi và tổn thương vị trí cách xa vị trí dùng chế phẩm liên quan đến clomazon, cụ thể là khi hai thuốc diệt cỏ được bao nang cùng nhau.

Do đó, trong lĩnh vực vẫn cần có chế phẩm được bao nang của pendimethalin và clomazon mà khắc phục được các vấn đề nêu trên trong lĩnh vực này.

Ưu điểm của sáng chế

Do đó, ưu điểm của sáng chế là chế phẩm huyền phù dạng viên nang của pendimethalin ở dạng kết hợp với clomazon.

Một ưu điểm khác của sáng chế là chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa pendimethalin ở dạng kết hợp với clomazon có độ bền bảo quản, không nhuộm màu được cải thiện và không bay hơi.

Một ưu điểm khác của sáng chế là chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa pendimethalin ở dạng kết hợp với clomazon không nhuộm màu, không độc với thực vật, trong đó tính bay hơi của clomazon được giảm đáng kể.

Một ưu điểm khác của sáng chế là chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa pendimethalin được bao nang và clomazon không ăn mòn.

Do đó, trong lĩnh vực vẫn cần có chế phẩm được bao nang của pendimethalin và clomazon mà khắc phục được các vấn đề nêu trên trong lĩnh vực này. Phần còn lại của bản mô tả bộc lộ ít nhất một ưu điểm trong số các ưu điểm này và/hoặc ưu điểm bất kỳ khác.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa;

pendimethalin được bao vi nang chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyme, màng polyme này được tạo ra tại chỗ bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách diễn ra giữa pha thứ nhất được phân tán trong pha thứ hai, ít nhất một trong số pha thứ nhất và pha thứ hai này khác biệt ở chỗ chứa lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; và

thuốc diệt cỏ thứ hai.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang của pendimethalin được bao vi nang và thuốc diệt cỏ thứ hai là clomazon;

pendimethalin được bao vi nang chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyme, màng polyme này được tạo ra tại chỗ bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách diễn ra giữa pha thứ nhất được phân tán trong pha thứ hai, ít nhất một trong số pha thứ nhất và pha thứ hai này khác biệt ở chỗ chứa lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; và

clomazon là thuốc diệt cỏ thứ hai được bao vi nang đồng thời với pendimethalin hoặc không được bao nang hoặc được bao vi nang riêng rẽ và được trộn với pendimethalin được bao vi nang với tỷ lệ định trước.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt và lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ;

(b) tạo ra pha hữu cơ bằng cách làm nóng chảy lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin và thuốc diệt cỏ thứ hai và bổ sung lượng định trước của thành phần tạo màng polyisoxyanat;

(c) làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương để tạo ra mặt phân cách giữa các giọt rời rạc của pha hữu cơ và pha nước; và

(d) duy trì nhũ tương này trong khoảng thời gian thích hợp để cho phép về cơ bản hoàn thành của phản ứng tự polyme hóa của polyisoxyanat sao cho các giọt dạng lỏng này trong pha hữu cơ được chuyển hóa thành vỏ viên nang chứa polyure bao quanh thành phần hoạt tính pendimethalin và thuốc diệt cỏ thứ hai này.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt và lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ;

(b) tạo ra pha hữu cơ bằng cách làm nóng chảy lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin, ít nhất là thuốc diệt cỏ thứ hai và bổ sung lượng định trước của thành phần tạo màng thứ nhất vào pha hữu cơ này;

(c) làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương; và

(d) bổ sung thành phần tạo màng thứ hai vào nhũ tương này sao cho thành phần tạo màng thứ hai phản ứng với thành phần tạo màng thứ nhất được chứa trong nhũ tương này thành màng polyme bao nang ít nhất là lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin và thuốc diệt cỏ thứ hai này.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là đồ thị mô tả tốc độ giải phóng chế phẩm viên nang theo sáng chế theo thời gian.

Fig.2 là đồ thị mô tả sự so sánh ba chế phẩm natri axetat riêng rẽ có cùng thành phần là thành phần pendimethalin theo sáng chế đối với việc nhuộm màu được đo so với chế phẩm thương mại được đo trên băng dính. Cả ba mẻ chứa natri axetat đã thể hiện các

giá trị ΔE bằng 1,14, 1,60 và 1,84 chỉ bằng khoảng một nửa giá trị ΔE của chế phẩm thương mại là 3,19.

Fig.3 là đồ thị mô tả sự so sánh của hai chế phẩm natri axetat riêng rẽ có cùng thành phần là thành phần pendimethalin theo sáng chế đối với việc nhuộm màu được đo so với chế phẩm thương mại được đo trên băng cứu thương. Hai mẻ chứa natri axetat đã thể hiện các giá trị ΔE bằng 4,06 và 5,41 chỉ bằng khoảng một nửa giá trị ΔE của chế phẩm thương mại là 9,01.

Fig.4 là đồ thị mô tả sự so sánh chế phẩm natri axetat là thành phần pendimethalin theo sáng chế đối với việc nhuộm màu được đo so với chế phẩm thương mại được đo trên băng giấy. Mẻ chứa natri axetat đã thể hiện giá trị ΔE bằng 2,57 chỉ bằng khoảng một nửa giá trị ΔE của chế phẩm thương mại là 4,84.

Fig.5 là đồ thị mô tả sự so sánh bốn chế phẩm natri axetat riêng rẽ có cùng thành phần là thành phần pendimethalin theo sáng chế đối với việc nhuộm màu được đo so với chế phẩm thương mại được đo trên băng vải. Các mẻ chứa natri axetat đã thể hiện các giá trị ΔE bằng 2,21, 2,67, 2,93 và 6,05 chỉ bằng khoảng $\frac{1}{3}$ đến khoảng $\frac{1}{2}$ ΔE được biểu thị bằng chế phẩm thương mại, 11,22.

Mô tả chi tiết sáng chế

Bất ngờ phát hiện ra rằng sự có mặt của muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ trong chế phẩm được bao vi nang của pendimethalin tạo ra chế phẩm về cơ bản không nhuộm màu. Thuật ngữ “về cơ bản không nhuộm màu” ở đây có nghĩa là chế phẩm này chứa muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ chứng minh là bất ngờ làm giảm đặc tính nhuộm màu bởi tỷ lệ ít nhất là hai đến khoảng năm lần so với chế phẩm chứa muối vô cơ thông thường.

Cũng phát hiện rằng chế phẩm được bao vi nang theo sáng chế chứa muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ cũng làm giảm hoặc loại bỏ độc tính với thực vật mà được quan sát với chế phẩm thông thường chứa muối vô cơ. Ngoài ra, việc bổ sung muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ không làm tăng độ cứng của nước mà được quan sát ở chế phẩm thông thường nhờ đó tăng cường độ bền huyền phù của chế phẩm tạo thành. Bất ngờ là việc sử dụng muối hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kiềm thổ dẫn đến sự cải thiện mạnh mẽ về độ bền huyền phù của chế phẩm

theo sáng chế. Tác giả sáng chế cũng đã phát hiện ra rằng sự có mặt của muối vô cơ đã thể hiện là ăn mòn vật chứa trong khi muối hữu cơ không ăn mòn vật chứa trong đó nó được đặt vào và/hoặc được điều chế. Chế phẩm theo sáng chế đã được phát hiện là có độ bền bảo quản. Không liên quan đến giả thuyết bất kỳ, được cho là sự có mặt của muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ còn ngăn ngừa sự gãy vỡ sớm của màng viên nang polyme.

Theo một phương án, chế phẩm được bao vi nang theo sáng chế bao gồm ít nhất là một thuốc diệt cỏ khác, mà có thể được bao vi nang đồng thời với pendimethalin hoặc có thể không được bao nang hoặc có thể được bao vi nang riêng rẽ và được phối trộn cùng với pendimethalin được bao vi nang với tỷ lệ định trước. Theo một phương án, thuốc diệt cỏ đồng thời được ưu tiên là clomazon.

Clomazon được biết là được sử dụng với dung môi hữu cơ trơ có nhiệt độ sôi cao để làm giảm tính bay hơi của nó, như trong US 5583090 hoặc US 5597780. Bất ngờ phát hiện ra rằng pendimethalin được bao nang, khi được bào chế cùng với clomazon, loại bỏ yêu cầu đối với clomazon là cần được hòa tan trong dung môi hữu cơ và không dẫn tới việc làm tăng tính bay hơi và do đó, tổn thương với thực vật do tính bay hơi của clomazon không được dự tính. Do đó, sự giảm đáng kể về tính bay hơi của clomazon được quan sát khi nó được bào chế với pendimethalin được bao nang mà không cần sự có mặt của dung môi hữu cơ.

Theo một phương án, clomazon có thể được bao vi nang đồng thời với pendimethalin, trong đó tất cả các thuốc diệt cỏ này được bao nang cùng nhau trong các viên vi nang.

Theo một phương án khác, clomazon không được bao nang được bào chế đồng thời với pendimethalin được bao nang để tạo ra chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế.

Theo một phương án khác, clomazon được bao nang được phối trộn với pendimethalin được bao nang với tỷ lệ định trước.

Do đó, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa;

pendimethalin được bao vi nang chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyme, màng polyme này được tạo ra tại chỗ bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách diễn ra giữa pha thứ nhất được phân tán trong pha thứ hai, ít nhất một trong số pha thứ nhất và pha thứ hai này khác biệt ở chỗ chứa lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; và

thuốc diệt cỏ thứ hai.

Tốt hơn là, thuốc diệt cỏ thứ hai có thể được bao vi nang đồng thời với pendimethalin hoặc nó có thể không được bao nang hoặc nó có thể được bao nang riêng rẽ và được phối trộn cùng với pendimethalin được bao nang với tỷ lệ định trước.

Do đó, theo khía cạnh này, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang của pendimethalin được bao vi nang và thuốc diệt cỏ thứ hai;

pendimethalin được bao vi nang chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyme, màng polyme này được tạo ra tại chỗ bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách diễn ra giữa pha thứ nhất được phân tán trong pha thứ hai, ít nhất một trong số pha thứ nhất và pha thứ hai này khác biệt ở chỗ chứa lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; và

thuốc diệt cỏ thứ hai này được bao vi nang đồng thời với pendimethalin hoặc không được bao nang hoặc được bao vi nang riêng rẽ và được trộn với pendimethalin được bao vi nang với tỷ lệ định trước.

Theo một phương án, việc lựa chọn thuốc diệt cỏ thứ hai không bị giới hạn cụ thể. Thuốc diệt cỏ thứ hai có thể là thuốc diệt cỏ mà đã được biết trong lĩnh vực. Tốt hơn là, thuốc diệt cỏ thứ hai là thuốc diệt cỏ dễ bay hơi, tức là, thuốc diệt cỏ mà được biết là dễ bay hơi. Nó thường được mong muốn trong lĩnh vực là làm giảm hoặc ức chế tính bay hơi của thuốc diệt cỏ rất dễ bay hơi này. Sáng chế cho kết quả bất ngờ là làm ức chế tính bay hơi của thuốc diệt cỏ thứ hai.

Theo một phương án, thuốc diệt cỏ thứ hai là thuốc diệt cỏ mà dễ phân tán do bay hơi. Thông thường thuốc diệt cỏ này là thuốc diệt cỏ este chuỗi ngắn như 2,4-D este, MCPA este, triclopyr và picloram.

Tốt hơn là, thuốc diệt cỏ thứ hai là clomazon.

Theo một phương án khác, thuốc diệt cỏ thứ hai là clomazon. Bất ngờ phát hiện ra rằng sự có mặt của pendimethalin được bao nang, trong vi nang giống nhau hoặc tồn tại trong các vi nang riêng rẽ, làm giảm tính bay hơi của clomazon nhờ đó bất ngờ làm giảm tổn thương vị trí cách xa vị trí dùng chế phẩm trong khi đồng thời làm giảm vấn đề nhuộm màu của pendimethalin. Hơn nữa, việc làm giảm bất ngờ tính bay hơi của clomazon trong sự có mặt của pendimethalin được bao vi nang được quan sát không kể đến việc clomazon được bao nang hay không, và khi nó được bao nang, thì không kể đến việc nó được bao vi nang đồng thời trong cùng một vi nang hoặc được bao vi nang riêng rẽ. Đặc biệt, đã phát hiện ra rằng clomazon được bao vi nang đồng thời với pendimethalin trong cùng một vi nang dẫn tới hàm lượng clomazon tự do được giảm đáng kể và tốc độ giải phóng được kiểm soát của clomazon với áp suất hơi giảm nhờ đó khiến cho tổn thương vị trí cách xa vị trí dùng chế phẩm được giảm khi sử dụng clomazon.

Do đó, theo khía cạnh này, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang của pendimethalin được bao vi nang và thuốc diệt cỏ thứ hai là clomazon;

pendimethalin được bao vi nang chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyme, màng polyme này được tạo ra tại chỗ bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách diễn ra giữa pha thứ nhất được phân tán trong pha thứ hai, ít nhất một trong số pha thứ nhất và pha thứ hai này khác biệt ở chỗ chứa lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; và

clomazon là thuốc diệt cỏ thứ hai hoặc được bao vi nang đồng thời với pendimethalin hoặc không được bao nang hoặc được bao vi nang riêng rẽ và được trộn với pendimethalin được bao vi nang với tỷ lệ định trước.

Bất ngờ phát hiện ra rằng việc sử dụng dung môi hữu cơ, cụ thể là dung môi hữu cơ trơ có nhiệt độ sôi cao được biết là làm giảm tính bay hơi của clomazon. Đã phát hiện ra rằng clomazon được bao vi nang đồng thời với pendimethalin trong cùng một vi nang hoặc phối trộn pendimethalin được bao vi nang với clomazon không được bao nang hoặc clomazon được bao vi nang loại bỏ yêu cầu đối với clomazon là cần được hòa tan trong dung môi hữu cơ trơ có nhiệt độ sôi cao trước khi được bao nang.

Theo một phương án được ưu tiên, pha thứ nhất và pha thứ hai này tốt hơn là pha nước và pha hữu cơ. Tuy nhiên, cần hiểu rằng pha nước và pha hữu cơ không giới hạn cụ thể. Phản ứng polyme hóa mặt phân cách thích hợp cho chế phẩm được bao nang theo sáng chế có thể được điều chế bằng phản ứng giữa thành phần tạo màng có mặt trong hai chất lỏng về cơ bản không dễ trộn lẫn, của pha hữu cơ và pha nước bao gồm phương án được ưu tiên. Ngoài ra, hai thành phần tạo màng có thể là giống hoặc khác nhau.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt và lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ;

(b) tạo ra pha hữu cơ bằng cách làm nóng chảy lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin và thuốc diệt cỏ thứ hai và bổ sung lượng định trước của thành phần tạo màng polyisoxyanat;

(c) làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương để tạo ra mặt phân cách giữa các giọt rời rạc của pha hữu cơ và pha nước; và

(d) duy trì nhũ tương này trong khoảng thời gian đủ để cho phép về cơ bản hoàn thành phản ứng tự polyme hóa của polyisoxyanat sao cho các giọt dạng lỏng này trong pha hữu cơ được chuyển hóa thành viên nang có vỏ polyure bao quanh thành phần hoạt tính pendimethalin.

Theo một phương án, thuốc diệt cỏ thứ hai tốt hơn là clomazon. Tuy nhiên, không nhất thiết tạo ra vi nang clomazon đồng thời do sự giảm có lợi về tính bay hơi của clomazon được quan sát khi (a) clomazon không được bao nang được phối trộn với pendimethalin được bao vi nang; và khi (b) clomazon được bao nang riêng rẽ được phối trộn với pendimethalin được bao nang riêng rẽ và vi nang này được trộn với tỷ lệ định trước.

Do đó, theo một khía cạnh khác, sáng chế cũng đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt và lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ;

(b) tạo ra pha hữu cơ bằng cách làm nóng chảy lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin, ít nhất là thuốc diệt cỏ thứ hai và bổ sung lượng định trước của thành phần tạo màng thứ nhất vào pha hữu cơ này;

(c) làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương; và

(d) bổ sung thành phần tạo màng thứ hai vào nhũ tương này sao cho thành phần tạo màng thứ hai phản ứng với thành phần tạo màng thứ nhất được chứa trong nhũ tương này thành màng polyme bao nang ít nhất là lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin.

Màng polyme của viên nang theo sáng chế có thể là nguyên liệu màng vỏ đã biết bất kỳ và tốt hơn là được chọn từ màng vỏ polyure, polyuretan, polyamit, polycacbonat, polysulfonamit hoặc dạng kết hợp của chúng được tạo liên kết ngang hoặc không được tạo liên kết ngang của chúng. Tốt hơn là, màng polyme của viên nang là màng polyure.

Màng polyme của viên nang theo sáng chế được tạo ra bằng cách sử dụng phản ứng polyme hóa mặt phân cách bằng cách cho thành phần tạo màng thứ nhất tiếp xúc với thành phần tạo màng thứ hai như đã thường được biết trong lĩnh vực.

Thành phần tạo màng thứ nhất tốt hơn là được chọn từ polyisoxyanat, polyaxit clorua, polycloroformat và polysulfonyl clorua. Thành phần tạo màng thứ hai tốt hơn là được chọn từ polyamin và polyol. Tốt hơn là, polyisoxyanat phản ứng với polyamin để tạo ra màng viên nang polyure theo sáng chế.

Polyisoxyanat được ưu tiên làm thành phần tạo màng thứ nhất có thể được chọn từ tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, toluen diisoxyanat, diphenylmeten-4,4'-diisoxyanat, polymetylen polyphenylen isoxyanat, 2,4,4'-diphenyl ete triisoxyanat, 3,3'-dimetyl-4,4'-diphenyl diisoxyanat, 3,3'-dimetoxyl-4,4'-diphenyl diisoxyanat, 1,5-naphtylen diisoxyanat và 4,4'4''-triphenylmetan triisoxyanat. Thành phần tạo màng polyisoxyanat thứ nhất được ưu tiên là polymetylen polyphenylisoxyanat.

Polyamin được ưu tiên là thành phần tạo màng thứ hai có thể được chọn từ etylendiamin, propylen-1,3-diamin, tetrametylendiamin, pentametylendiamin, 1,6-hexametylendiamin, dietylentriamin, trietylentetramin, tetraetylenpentamin,

pentaetylenhexamin, 4,9-dioxadodecan-1, 12-diamin, 1,3-phenylendiamin, 2,4- và 2,6-toluendiamin và 4,4'-diaminodiphenylmetan hoặc muối cộng axit của chúng. Polyamin được ưu tiên theo sáng chế là dietylentriamin.

Thành phần tạo màng thứ nhất bao gồm từ khoảng 0,1% đến khoảng 20% khối lượng của pha hữu cơ theo sáng chế. Thành phần tạo màng thứ hai tốt hơn là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,3% đến 7,5% khối lượng so với tổng khối lượng của chế phẩm.

Theo phương án được ưu tiên khác, màng vỏ polyme polyure được ưu tiên có thể được tạo ra bằng phản ứng tự ngưng tụ của thành phần tạo màng polyisoxyanat. Theo phương án này, quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế bao gồm bước tạo ra pha hữu cơ phân tán vật lý trong pha nước. Theo phương án này, pha hữu cơ bao gồm chất trung gian isoxyanat hữu cơ như được mô tả ở trên cùng với thành phần hoạt tính pendimethalin.

Do đó, theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt và lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ;

(b) tạo ra pha hữu cơ bằng cách làm nóng chảy lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin và lượng có tác dụng diệt cỏ của clomazon và bổ sung lượng định trước của thành phần tạo màng polyisoxyanat;

(c) làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương để tạo ra mặt phân cách giữa các giọt rời rạc của pha hữu cơ và pha nước; và

(d) duy trì nhũ tương này trong khoảng thời gian đủ để cho phép về cơ bản hoàn thành phản ứng tự polyme hóa của polyisoxyanat sao cho các giọt dạng lỏng này trong pha hữu cơ được chuyển hóa thành viên nang chứa vỏ polyure bao quanh thành phần hoạt tính pendimethalin.

Theo một phương án, nhũ tương của pha hữu cơ này trong dung dịch nước này có thể tốt hơn là được làm gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến khoảng 100°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ khoảng 35 đến 85°C để thúc đẩy quá trình tự ngưng tụ của tiền polyme polyisoxyanat.

Tuy nhiên, không kể đến việc tự ngưng tụ của thành phần tạo màng thứ nhất được ưu tiên hay việc ngưng tụ giữa thành phần tạo màng thứ nhất và thành phần tạo màng thứ hai được ưu tiên, lượng tương đối của pha hữu cơ và pha nước không ảnh hưởng đến quy trình của sáng chế. Thông thường, pha hữu cơ có thể chứa đến khoảng 75% thể tích của toàn bộ nhũ tương và chứa các giọt rời rạc của dung dịch hữu cơ được phân tán trong dung dịch nước.

Cỡ giọt trong nhũ tương này không được phát hiện là quan trọng đối với chế phẩm và quy trình theo sáng chế nhưng có thể được phát hiện từ 0,5 micron đến khoảng 4000 micron, mà có thể còn được làm phù hợp bằng cách sử dụng thiết bị cắt nhanh đến kích cỡ tốt hơn là khoảng 1 micron đến khoảng 100 micron. Cũng được phát hiện rằng phản ứng polyme hóa tự ngưng tụ tại chỗ là tự kết thúc và thường được phép chạy đến khi hoàn thành. Phản ứng thường chạy đến khi hoàn thành là trong khoảng thời gian vài phút đến vài giờ. Trong một phương án được ưu tiên, phản ứng thường được phép chạy trong thời gian từ khoảng 2 đến 3 giờ.

Tuy nhiên, vỏ polyme polyure được ưu tiên có thể được tạo ra bằng phản ứng tự ngưng tụ của polyisoxyanat được ưu tiên bằng cách sử dụng các phương pháp được ưu tiên khác. Theo một phương án được ưu tiên này, việc tạo thành của vỏ bọc viên nang polyure bao quanh các giọt hữu cơ được phân tán có thể được gây ra bằng cách (a) làm phân tán các giọt pha hữu cơ trong pha nước liên tục để tạo ra nhũ tương sau khi gia nhiệt nhũ tương thu được từ đó; hoặc (b) gia nhiệt pha nước liên tục và làm phân tán các giọt pha hữu cơ trong pha nước liên tục được gia nhiệt để tạo ra nhũ tương nhờ đó tác động đến phản ứng tự ngưng tụ mong muốn ở mặt phân cách giữa các giọt hữu cơ và pha nước.

Muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ khi được sử dụng ở đây tốt hơn là được chọn từ muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ yếu được chọn từ axit axetic, axit propionic, axit xitric, axit fumaric, axit tartric, axit oxalic, axit suxinic, axit valeric, axit malonic, axit glutaric, axit adipic và axit phtalic.

Kim loại kiềm được ưu tiên được chọn từ natri và kali. Theo một phương án được ưu tiên hơn, kim loại kiềm được ưu tiên là natri.

Theo một phương án được ưu tiên khác, muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ được chọn từ natri axetat hoặc dinatri suxinat.

Dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt. Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt này có thể được chọn từ nhóm bao gồm muối của axit lignosulfonic được etoxyl hóa, muối của axit lignosulfonic, lignin được oxy hóa, muối lignin, muối của copolyme styren-maleic anhydrit, rượu polyvinyllic, muối của este một phần của copolyme styren-maleic anhydrit, một phần muối của axit polyacrylic và muối một phần của terpolyme của axit polyacrylic.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt là lignosulfonat của canxi hoặc natri.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,2% đến khoảng 5% khối lượng của chế phẩm.

Dung dịch nước theo sáng chế chứa muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ hoặc hỗn hợp của chúng với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 2% đến khoảng 55% khối lượng của chế phẩm.

Thuật ngữ "lượng có tác dụng diệt cỏ" của pendimethalin hoặc clomazon là lượng của pendimethalin hoặc clomazon tương ứng mà khi được sử dụng với lượng này sẽ tạo ra việc phòng trừ cỏ dại được yêu cầu. Lượng cụ thể phụ thuộc vào nhiều yếu tố bao gồm, ví dụ, cây trồng, cỏ dại được nỗ lực để được phòng trừ và điều kiện môi trường. Tuy nhiên, việc lựa chọn lượng thích hợp của chất hoạt tính cần được sử dụng là nằm trong khả năng chuyên môn của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật và không bị coi là giới hạn cụ thể.

Chế phẩm được bao vi nang theo sáng chế chứa pendimethalin với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 60% thành phần hoạt tính.

Theo một phương án được ưu tiên, màng vỏ polyme theo sáng chế cấu thành từ khoảng 1% khối lượng đến khoảng 20% khối lượng của chế phẩm. Theo một phương án khác được ưu tiên, màng vỏ polyme cấu thành khoảng 2,5% tổng khối lượng của chế phẩm.

Vi nang theo sáng chế tốt hơn là có cỡ hạt nằm trong khoảng từ khoảng 2 micromet đến 50 micromet.

Tốt hơn là, chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế bao gồm chất chống tạo bọt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 5% khối lượng của chế phẩm. Chất chống tạo bọt thích hợp như vậy thường được biết đến trong lĩnh vực và không giới hạn cụ thể.

Dạng huyền phù viên nang theo sáng chế có thể còn bao gồm chất biến đổi độ lưu biến. Chất biến đổi độ lưu biến được ưu tiên bao gồm gom xanthan và đất sét, mà có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 3% khối lượng của chế phẩm.

Chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế có thể còn được trung hòa bằng axit khoáng để điều hòa độ pH trong khoảng mong muốn. Do đó, chế phẩm theo sáng chế còn chứa từ khoảng 0,1% đến khoảng 10% axit trung hòa, mà có thể là axit khoáng hoặc axit hữu cơ. Tốt hơn là, axit khoáng là axit clohydric.

Một ưu điểm khác của việc bổ sung axit trung hòa là axit được bổ sung kết hợp với amin chưa phản ứng để tạo ra muối amoni, mà về cơ bản làm giảm lượng muối bổ sung bên ngoài cần để đạt được đặc tính không nhuộm màu đáng kể. Việc bổ sung axit trung hòa đặc biệt có lợi trong việc làm giảm nồng độ của muối vô cơ của chế phẩm trong lĩnh vực, mà đã được báo cáo là làm trầm trọng thêm vấn đề độc tính với thực vật ở các thực vật được thử nghiệm khác nhau. Theo phương án này của sáng chế, lượng lớn đáng kể của amin dư thừa có thể được sử dụng để làm giảm việc bổ sung muối bên ngoài bằng cách tạo ra tại chỗ lượng muối lớn hơn khi phản ứng với axit trung hòa.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế có thể còn chứa thuốc diệt sinh vật với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 3% khối lượng của chế phẩm.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế cũng đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt và lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ và tùy ý gia nhiệt dung dịch nước này;

(b) tạo ra pha hữu cơ bằng cách làm nóng chảy lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin và lượng có tác dụng diệt cỏ của clomazon và bổ sung lượng định trước của thành phần tạo màng thứ nhất vào pha hữu cơ này;

(c) làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương và tùy ý gia nhiệt nhũ tương được tạo ra này; và

(d) bổ sung thành phần tạo màng thứ hai vào nhũ tương này sao cho thành phần tạo màng thứ hai phản ứng với thành phần tạo màng thứ nhất được chứa trong nhũ tương này thành màng polyme bao nang ít nhất là lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin.

Tốt hơn là, bước tạo ra dung dịch nước bao gồm bước gia nhiệt nước máy đến nhiệt độ được tăng lên, tốt hơn là khoảng 60°C và bổ sung chất hoạt động bề mặt và muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ của axit hữu cơ. Theo một phương án được ưu tiên, chất chống tạo bọt cũng được bổ sung vào dung dịch nước này.

Theo một phương án được ưu tiên khác, thành phần tạo màng thứ nhất tốt hơn là được bổ sung vào pendimethalin đã nóng chảy trong khi khuấy. Theo một phương án, tác dụng diệt cỏ của clomazon, khi được bổ sung vào pendimethalin đã nóng chảy, loại bỏ yêu cầu đối với clomazon là cần được hòa tan trong dung môi hữu cơ trơ có nhiệt độ sôi cao nhờ đó loại trừ việc sử dụng dung môi hữu cơ.

Theo một phương án được ưu tiên khác, bước phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương được thực hiện đến cỡ hạt mong muốn.

Theo một phương án được ưu tiên khác, sau khi bổ sung thành phần tạo màng thứ hai vào nhũ tương, phản ứng được phép tiếp tục đến thời gian định trước, tốt hơn là một giờ trong khi khuấy khi phản ứng được duy trì ở nhiệt độ được tăng lên.

Sau đó, hỗn hợp phản ứng được trung hòa bằng axit vô cơ, tốt hơn là axit clohydric. Việc trung hòa được thực hiện tốt hơn là để đạt được độ pH chế phẩm nằm trong khoảng từ khoảng 6,5 đến khoảng 7,5.

Sau đó, gôm xanthan tốt hơn là được bổ sung trong khi khuấy.

Theo một phương án được ưu tiên, thuốc diệt sinh vật được bổ sung để thu được chế phẩm đích.

Theo một phương án được ưu tiên, quy trình theo sáng chế được thực hiện ở nhiệt độ được tăng lên để duy trì thành phần hoạt tính pendimethalin ở trạng thái nóng chảy và để tăng cường tốc độ tạo màng polyme. Theo phương án này, quy trình theo sáng chế tốt hơn là được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 35°C đến khoảng 85°C, và tốt hơn nữa là được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ khoảng 50°C đến 65°C.

Tốc độ giải phóng của chế phẩm theo sáng chế tốt hơn là thay đổi từ khoảng 100 ng đến khoảng 145 ng, trong khi thành phần hoạt tính tự do được xác định nằm trong khoảng từ khoảng 0% đến khoảng 0,2% khối lượng của chế phẩm.

Theo một phương án khác của sáng chế, clomazon được bao nang riêng rẽ và được phối trộn cùng với pendimethalin được bao vi nang với tỷ lệ định trước. Theo phương án này, clomazon được bao vi nang được tạo ra một cách riêng rẽ bởi quy trình bao vi nang. Theo phương án này, lượng có tác dụng diệt cỏ của clomazon được bao nang trong màng vỏ polyme của vi nang. Theo phương án này, clomazon tốt hơn là được hòa tan với lượng có tác dụng làm ổn định của ít nhất một chất phụ gia được chọn từ các dẫn xuất được epoxy hóa của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen, dung dịch hữu cơ thu được từ đó sau đó được bao nang. Theo một phương án, chất phụ gia được ưu tiên được chọn từ chất thu được từ chất béo và dầu được epoxy hóa và polyme và copolyme khối lượng phân tử thấp của terpen. Tốt hơn là, chất thu được từ chất béo và dầu được epoxy hóa được chọn từ dầu đậu nành được epoxy hóa và dầu hạt lanh được epoxy hóa mặc dù không bao gồm dầu thực vật được epoxy hóa khác.

Tốt hơn là, terpen khối lượng phân tử thấp bao gồm pinen polyme và homopolyme và copolyme của chúng. Còn tốt hơn nữa là, pinen polyme được ưu tiên là α – và β – pinen copolyme và/hoặc Piccolyte AO. Tốt hơn là, α – và β – pinen copolyme nêu trên được sản xuất bằng các quy trình khác nhau mà bao gồm việc tạo ra đime, trime hoặc polyme của α – và β – pinen.

Do đó, theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang có độ bền bảo quản chứa:

pendimethalin được bao vi nang, pendimethalin được bao vi nang này chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyme, màng polyme này được tạo ra tại chỗ bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách diễn ra giữa pha thứ

nhất được phân tán trong pha thứ hai, ít nhất một trong số pha thứ nhất và pha thứ hai này khác biệt ở chỗ chứa lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; và

clomazon được bao vi nang, clomazon được bao vi nang này chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của clomazon được bao nang trong màng vỏ polyme của vi nang, vi nang này khác biệt ở chỗ chứa lượng có tác dụng làm ổn định của ít nhất một chất phụ gia được chọn từ các dẫn xuất được epoxy hóa của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen;

trong đó chế phẩm huyền phù dạng viên nang có độ bền bảo quản bao gồm pendimethalin được bao vi nang này và clomazon được bao vi nang được phối trộn ở tỷ lệ định trước.

Theo phương án này, màng polyme bao nang clomazon được tạo ra bằng phản ứng polyme hóa mặt phân cách diễn ra giữa pha hữu cơ được phân tán trong pha nước. Theo một phương án được ưu tiên, pha hữu cơ bao gồm lượng có tác dụng làm ổn định của ít nhất một chất phụ gia được chọn từ các dẫn xuất được epoxy hóa của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen.

Theo phương án này, sự có mặt của pha nước và pha hữu cơ để polyme hóa mặt phân cách bao nang clomazon không giới hạn cụ thể. Phản ứng polyme hóa mặt phân cách thích hợp cho thành phần clomazon được bao nang của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế có thể được điều chế bằng phản ứng giữa thành phần tạo màng có mặt trong hai chất lỏng về cơ bản không dễ trộn lẫn, của pha hữu cơ và pha nước cấu thành phương án được ưu tiên. Hơn nữa, hai thành phần tạo màng có thể là giống hoặc khác nhau hoặc các thành phần tạo màng giống hoặc khác nhau này có thể được chứa chỉ trong pha thứ nhất hoặc chỉ trong pha thứ hai hoặc được phân bố giữa các pha không trộn lẫn thứ nhất và thứ hai.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình điều chế chế phẩm huyền phù dạng viên nang, quy trình này bao gồm các bước:

(a) điều chế thành phần pendimethalin được bao nang bởi quy trình bao gồm các bước tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt và lượng định trước của ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ; tạo ra

pha hữu cơ bằng cách làm nóng chảy lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin và bổ sung lượng định trước của thành phần tạo màng polyisoxyanat; làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương để tạo ra mặt phân cách giữa các giọt rời rạc của pha hữu cơ và pha nước; và duy trì nhũ tương này trong khoảng thời gian đủ để cho phép về cơ bản hoàn thành phản ứng tự polyme hóa của polyisoxyanat sao cho các giọt dạng lỏng này trong pha hữu cơ được chuyển hóa thành viên nang có vỏ polyure bao quanh thành phần hoạt tính pendimethalin hoặc bổ sung thành phần tạo màng thứ hai vào nhũ tương này sao cho thành phần tạo màng thứ hai phản ứng với thành phần tạo màng thứ nhất được chứa trong nhũ tương này thành màng polyme bao nang ít nhất là lượng có tác dụng diệt cỏ của thành phần hoạt tính pendimethalin;

(b) điều chế thành phần clomazon được bao nang bởi quy trình bao gồm các bước tạo ra dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt; tạo ra pha hữu cơ bằng cách bổ sung lượng có tác dụng diệt cỏ của clomazon vào lượng có tác dụng làm ổn định của ít nhất một chất phụ gia được chọn từ các dẫn xuất được epoxy hóa của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen và bổ sung thành phần tạo màng thứ nhất vào pha hữu cơ này; làm phân tán pha hữu cơ nêu trên trong dung dịch nước nêu trên để thu được nhũ tương; và bổ sung thành phần tạo màng thứ hai vào nhũ tương và cho phép thành phần tạo màng thứ hai này phản ứng với thành phần tạo màng thứ nhất được chứa trong nhũ tương này để tạo ra màng polyme bao nang lượng có tác dụng diệt cỏ của clomazon; và

(c) phối trộn pendimethalin được bao nang và thành phần clomazon được bao nang với tỷ lệ định trước.

Theo một phương án, màng polyme của viên nang bao nang thành phần clomazon theo sáng chế có thể là nguyên liệu màng vỏ đã biết bất kỳ và tốt hơn là được chọn từ màng vỏ polyure, polyuretan, polyamit, polycacbonat, polysulfonamit, ure formaldehyt, nhựa melamin formaldehyt, nhựa melamin ure, gelatin/gôm arabic hoặc dạng kết hợp được tạo liên kết ngang hoặc không được tạo liên kết ngang của chúng. Tốt hơn là, màng polyme của viên nang là màng polyure.

Theo phương án này, màng vỏ polyme của thành phần clomazon có thể được điều chế về cơ bản là bằng cách sử dụng các phương pháp mà được mô tả ở trên để điều chế thành phần pendimethalin.

Theo một phương án về quy trình điều chế thành phần clomazon, làm phân tán dung dịch nước này trong pha hữu cơ để thu được nhũ tương bao gồm bước trộn dung dịch nước này trong pha hữu cơ ở điều kiện khuấy tốc độ cao để thu được nhũ tương. Tốt hơn là, nhũ tương này bao gồm các hạt có kích thước nằm trong khoảng từ 0,1 micron đến 200 micron, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 micron đến 50 micron và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 micron đến 10 micron.

Theo một phương án khác về quy trình điều chế thành phần clomazon, cho phép các thành phần tạo màng phản ứng với nhau bao gồm cho phép phản ứng hóa học diễn ra trong điều kiện có gia nhiệt hoặc không trong khoảng thời gian định trước cho đến khi quá trình polyme hóa diễn ra hoàn toàn. Tốt hơn là, quá trình polyme hoàn toàn của thành phần tạo màng diễn ra trong khoảng thời gian từ 15 phút đến 5 giờ, tốt hơn là trong khoảng thời gian từ nửa giờ đến 4 giờ và tốt hơn nữa là trong khoảng thời gian từ nửa giờ đến 2 giờ.

Quá trình polyme hóa mặt phân cách giữa các thành phần tạo màng có thể được thực hiện ở nhiệt độ môi trường hoặc ở nhiệt độ được tăng lên. Do đó, nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 5°C đến 90°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10°C đến 70°C và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15°C đến 60°C.

Theo một phương án khác về quy trình điều chế thành phần clomazon, cho phép các thành phần tạo màng này phản ứng với nhau bao gồm duy trì nhũ tương trong khoảng thời gian đủ để cho phép về cơ bản hoàn thành phản ứng polyme hóa giữa các thành phần tạo màng này sao cho các giọt dạng lỏng trong pha hữu cơ được chuyển hóa thành viên nang có vỏ polyure bao quanh thành phần hoạt tính clomazon.

Màng polyme của viên nang có thành phần clomazon theo sáng chế được tạo ra bằng cách sử dụng quá trình polyme hóa mặt phân cách bằng cách cho thành phần tạo màng thứ hai bổ sung vào dung dịch nước tiếp xúc với thành phần tạo màng thứ nhất có mặt trong pha hữu cơ như thường được biết trong lĩnh vực. Thành phần tạo màng thứ nhất tốt hơn là được chọn từ polyisoxyanat, polyaxit clorua, polycloroformat và

polysulfonyl clorua. Thành phần tạo màng thứ hai tốt hơn là được chọn từ polyamin và/hoặc polyol. Tốt hơn là, polyisoxyanat phản ứng với polyamin để tạo ra màng viên nang polyure theo sáng chế.

Polyisoxyanat được ưu tiên làm thành phần tạo màng thứ nhất có thể được chọn từ tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, toluen diisoxyanat, diphenylmeten-4,4'-diisoxyanat, polymetylen polyphenylen isoxyanat, 2,4,4'-diphenyl ete triisoxyanat, 3,3'-dimetyl-4,4'-diphenyl diisoxyanat, 3,3'-dimetoxyl-4,4'-diphenyl diisoxyanat, 1,5-naphtylen diisoxyanat và 4,4'4''-triphenylmetan triisoxyanat. Thành phần tạo màng polyisoxyanat thứ nhất được ưu tiên là toluen diisoxyanat hoặc polymetylen polyphenylisoxyanat.

Polyamin được ưu tiên làm thành phần tạo màng thứ hai có thể được chọn từ etylendiamin, propylen-1,3-diamin, tetrametylendiamin, pentametylendiamin, 1,6-hexametylendiamin, dietylentriamin, trietylentetramin, tetraetylenpentamin, pentaetylenhexamin, 4,9-dioxadodecan-1, 12-diamin, 1,3-phenylendiamin, 2,4- và 2,6-toluendiamin và 4,4'-diaminodiphenylmetan hoặc muối cộng axit của chúng. Polyamin được ưu tiên theo sáng chế được chọn từ etylendiamin, dietylentriamin, trietylentetramin và tetraetylenpentamin.

Thành phần tạo màng thứ nhất có mặt trong pha hữu cơ với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 2% đến 25% khối lượng của pha hữu cơ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 20% khối lượng. Thành phần tạo màng thứ hai có mặt trong pha nước với lượng nằm trong khoảng từ 0,3% đến 7% tổng khối lượng của chế phẩm, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1% đến 5% khối lượng.

Lượng tương đối của pha hữu cơ và pha nước không gây bất lợi đối với quy trình theo sáng chế. Thông thường, pha hữu cơ có thể chứa lên đến khoảng 75% tổng thể tích của nhũ tương và chứa các giọt rời rạc của pha hữu cơ được phân tán trong dung dịch nước.

Cỡ giọt trong nhũ tương không được phát hiện là gây bất lợi cho chế phẩm và quy trình theo sáng chế nhưng có thể được phát hiện là có kích thước nằm trong khoảng từ 0,1 micron đến 200 micron, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 micron đến 50 micron, mà

có thể được làm phù hợp hơn bằng cách sử dụng thiết bị cắt nhanh tốt hơn là nằm trong khoảng từ khoảng 2 micron đến khoảng 10 micron.

Theo một phương án, phản ứng tạo màng trong khi điều chế thành phần clomazon thông thường chạy đến khi hoàn tất trong khoảng thời gian từ vài phút đến vài giờ. Theo một phương án được ưu tiên, phản ứng này thường được phép chạy trong khoảng thời gian từ nửa giờ đến khoảng 2 đến 3 giờ.

Dung dịch nước chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt. Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt này có thể được chọn từ nhóm bao gồm muối của axit lignosulfonic được etoxyl hóa, muối của axit lignosulfonic, lignin được oxy hóa, muối lignin, muối của copolyme styren-maleic anhydrit, rượu polyvinyllic, muối của este một phần của copolyme styren-maleic anhydrit, muối một phần của axit polyacrylic và muối một phần của axit polyacrylic terpolyme.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt là lignosulfonat của canxi hoặc natri hoặc hỗn hợp của chúng hoặc kraft lignin được biến đổi có nhóm axit sulfonic cao hoặc hỗn hợp của chúng với tỷ lệ thích hợp bất kỳ.

Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 % đến khoảng 1,5 % khối lượng của chế phẩm.

Thuật ngữ "lượng có tác dụng diệt cỏ" của clomazon là lượng của clomazon mà khi được sử dụng với lượng này sẽ tạo ra việc kiểm soát cỏ dại được yêu cầu. Lượng cụ thể phụ thuộc vào nhiều yếu tố bao gồm, ví dụ, cây trồng, cỏ dại mong muốn được kiểm soát và điều kiện môi trường. Tuy nhiên, việc lựa chọn lượng thích hợp của chất hoạt tính được sử dụng là nằm trong kỹ năng của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực và không được coi là giới hạn cụ thể ở đó.

Lượng có tác dụng làm ổn định của chất phụ gia đối với thành phần clomazon được chọn từ các dẫn xuất được epoxy hóa của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen là lượng đủ để về cơ bản làm tăng tính mềm dẻo của màng vỏ polyme bao nang và do đó làm giảm thiểu tính bay hơi của clomazon để tạo ra chế phẩm nông hóa có độ bền bảo quản có thời gian bảo quản hợp lý về mặt thương mại ít nhất là khoảng 2 năm. Ví dụ, lượng có tác dụng làm ổn định của chất phụ gia được chọn từ các

dẫn xuất được epoxy hóa của axit béo hoặc este của chúng và polyme và copolyme của terpen có thể lên đến khoảng 70% khối lượng của pha hữu cơ trong chế phẩm.

Chế phẩm được bao vi nang theo sáng chế chứa thành phần hoạt tính clomazon với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 50% khối lượng của thành phần clomazon của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế.

Theo một phương án được ưu tiên, màng vỏ polyme theo sáng chế cấu thành từ khoảng 20% khối lượng đến khoảng 40% khối lượng của pha hữu cơ trong thành phần clomazon của chế phẩm. Theo một phương án khác được ưu tiên, màng vỏ polyme cấu thành khoảng 31% tổng khối lượng của pha hữu cơ trong thành phần clomazon của chế phẩm.

Tốt hơn là, thành phần clomazon của chế phẩm theo sáng chế bao gồm chất chống tạo bọt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 5% khối lượng của thành phần clomazon. Chất chống tạo bọt thích hợp này thường đã biết trong lĩnh vực và không giới hạn cụ thể.

Dạng huyền phù viên nang theo sáng chế có thể còn bao gồm chất biến đổi độ lưu biến. Chất biến đổi độ lưu biến được ưu tiên bao gồm gồm xanthan và/hoặc đất sét, mà có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 1% khối lượng của thành phần clomazon của chế phẩm.

Chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế có thể còn được trung hòa bằng axit khoáng để điều hòa độ pH trong khoảng được mong muốn. Do đó, chế phẩm theo sáng chế còn chứa axit trung hòa với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,1% đến khoảng 10%, mà có thể là axit khoáng hoặc axit hữu cơ. Tốt hơn là, axit khoáng là axit clohydric.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế có thể còn chứa thuốc diệt sinh vật với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,01% đến khoảng 3% khối lượng của chế phẩm.

Theo phương án được ưu tiên nhất, este béo được epoxy hóa là chất được dẫn xuất từ động thực vật được epoxy hóa và tốt hơn nữa là dầu đậu nành được epoxy hóa. Theo phương án được ưu tiên khác, chất làm ổn định được ưu tiên có thể là polyme hoặc copolyme của terpen.

Este béo được epoxy hóa được ưu tiên theo sáng chế có thể còn được chọn từ dầu cọ được epoxy hóa, dầu hạt cải được epoxy hóa, dầu hướng dương được epoxy hóa, dầu lạc được epoxy hóa, dầu hạt bông được epoxy hóa, dầu hạt cọ được epoxy hóa, dầu dừa được epoxy hóa, dầu đậu nành được epoxy hóa, dầu oliu được epoxy hóa và dầu hạt lanh được epoxy hóa. Tốt hơn là, dầu đậu nành được epoxy hóa hoặc dầu hạt lanh được epoxy hóa có thể được sử dụng. Tuy nhiên, cần hiểu rằng việc lựa chọn dầu thực vật cụ thể không bị giới hạn cụ thể.

Polyme và copolyme của terpen được ưu tiên bao gồm polyme và copolyme của terpen no hoặc không no khối lượng phân tử thấp. Các polyme và copolyme của terpen này có thể tốt hơn là được chọn từ α – và β - pinen copolyme, terpen được biến đổi hóa học như terpenoit, rosin, rosin este, terpen polyamit, terpen được styren hóa, terpen phenolic, copolyme của styren được cải biến phenol và alpha metyl styren với terpen.

Theo một phương án, chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế chứa hỗn hợp của thành phần pendimethalin và thành phần clomazon theo tỷ lệ định trước. Theo một phương án, thành phần pendimethalin và thành phần clomazon được phối trộn với tỷ lệ nằm trong khoảng từ khoảng 1:10 đến khoảng 10:1.

Theo một phương án không bị giới hạn khác, thành phần pendimethalin và thành phần clomazon được phối trộn với tỷ lệ nằm trong khoảng từ khoảng 1:2 đến khoảng 1:3.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp kiểm soát cỏ dại tại vị trí bằng cách sử dụng cho vị trí cỏ dại lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao vi nang, pendimethalin được bao vi nang này được bao nang cùng với clomazon hoặc được phối trộn với tỷ lệ định trước với clomazon không được bao nang hoặc clomazon được bao nang.

Tốt hơn là, sáng chế đề xuất phương pháp kiểm soát loài thực vật không mong muốn bao gồm bước sử dụng cho lá của cây hoặc vào đất hoặc nước chứa cỏ dại hoặc các cơ quan sinh sản khác của chúng, lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao vi nang, pendimethalin được bao vi nang này được bao nang cùng với clomazon hoặc được phối trộn theo tỷ lệ định trước với clomazon không được bao nang hoặc clomazon được bao nang.

Theo một phương án của khía cạnh nêu trên theo sáng chế, phương pháp này bao gồm bước dùng pendimethalin được bao nang cho vị trí của cỏ dại hoặc cho lá của cây hoặc vào đất hoặc vào nước chứa cỏ dại hoặc cơ quan sinh sản, trong đó vị trí hoặc đất hoặc lá hoặc nước này cũng được dùng clomazon không được bao nang hoặc được bao nang đồng thời hoặc lần lượt theo trình tự bất kỳ. Tốt hơn là, clomazon được bao vi nang cùng với pendimethalin và được sử dụng đồng thời cho vị trí mong muốn.

Theo một phương án, thành phần pendimethalin được bao nang hoặc clomazon được bao nang có thể được dùng trước, sau đó dùng tiếp thành phần còn lại. Do đó, theo phương án này, phương pháp này bao gồm bước dùng thành phần được bao nang thứ nhất cho vị trí của cỏ dại hoặc cho lá của cây hoặc vào đất hoặc vào nước chứa cỏ dại hoặc các cơ quan sinh sản khác, trong đó vị trí hoặc đất hoặc lá hoặc nước cũng được dùng thành phần được bao nang thứ hai đồng thời hoặc lần lượt theo trình tự bất kỳ. Theo phương án này, thành phần được bao nang thứ nhất là pendimethalin được bao nang và thành phần được bao nang thứ hai là clomazon được bao nang.

Theo một phương án khác, thành phần được bao nang thứ nhất là clomazon được bao nang và thành phần được bao nang thứ hai là pendimethalin được bao nang.

Do đó, theo một khía cạnh khác, sáng chế cũng đề xuất bộ kit kết hợp để dùng cho vị trí của cỏ dại hoặc cho lá của cây hoặc vào đất hoặc vào nước chứa cỏ dại hoặc các cơ quan sinh sản khác, bộ kit kết hợp này chứa:

- (a) thành phần được bao nang thứ nhất;
- (b) thành phần được bao nang thứ hai;
- (c) quy trình hướng dẫn bao gồm hướng dẫn dùng hai thành phần được bao nang này.

Theo một phương án của khía cạnh này theo sáng chế, thành phần được bao nang thứ nhất là pendimethalin được bao nang và thành phần được bao nang thứ hai là clomazon được bao nang.

Theo một phương án khác của khía cạnh này theo sáng chế, thành phần được bao nang thứ nhất là clomazon được bao nang và thành phần được bao nang thứ hai là pendimethalin được bao nang.

Tốt hơn là, clomazon được bao vi nang cùng với pendimethalin và được sử dụng đồng thời cho vị trí mong muốn.

Theo một phương án, bộ kit kết hợp theo sáng chế bao gồm quy trình hướng dẫn. Quy trình hướng dẫn này bao gồm hướng dẫn dùng thành phần được bao nang thứ hai.

Theo một phương án, quy trình hướng dẫn bao gồm hướng dẫn dùng thành phần được bao nang cho vị trí hoặc cho lá của cây hoặc vào đất hoặc vào nước chứa cỏ dại hoặc cơ quan sinh sản khác của cây.

Theo một phương án khác, quy trình hướng dẫn bao gồm hướng dẫn phối trộn thành phần được bao nang thứ nhất với thành phần được bao nang thứ hai theo tỷ lệ định trước. Theo một phương án, quy trình hướng dẫn hướng dẫn người dùng để phối trộn thành phần pendimethalin và thành phần clomazon với tỷ lệ nằm trong khoảng từ khoảng 1:10 đến khoảng 10:1, tốt hơn là với tỷ lệ nằm trong khoảng từ khoảng 1:2 đến 1:3.

Theo một phương án khác, quy trình hướng dẫn bao gồm hướng dẫn dùng thành phần được bao nang theo trình tự. Theo phương án này, hướng dẫn sử dụng bao gồm bước dùng thành phần được bao nang thứ nhất sau đó tiếp theo dùng thành phần được bao nang thứ hai sau một khoảng thời gian định trước. Theo phương án này, thành phần được bao nang thứ nhất là pendimethalin được bao nang và thành phần được bao nang thứ hai là clomazon được bao nang.

Theo một phương án khác, thành phần được bao nang thứ nhất là clomazon được bao nang và thành phần được bao nang thứ hai là pendimethalin được bao nang.

Theo một phương án, bộ kit kết hợp được đóng gói trong bao bì hoặc hộp bìa cứng. Theo một phương án khác, quy trình hướng dẫn có thể được in lên bao bì hoặc hộp bìa cứng hoặc có thể được in lên quyển sách nhỏ mà có thể được chứa trong bao bì hoặc hộp bìa cứng.

Thuận lợi là, chế phẩm vi nang được điều chế theo sáng chế hoặc có thể thu được bằng quy trình theo sáng chế có thể được sử dụng trực tiếp làm chế phẩm diệt cỏ hoặc có thể được pha loãng với nước để sử dụng.

Theo cách khác, các thành phần bổ sung khác như chất chống lắng, chất điều chỉnh độ pH, chất chống đông và thành phần tương tự có thể được bổ sung vào chế phẩm

vi nang được điều chế bằng quy trình theo sáng chế để tạo ra chế phẩm diệt cỏ vi nang đậm đặc mà không nằm ngoài sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả bằng cách tham khảo các ví dụ cụ thể sau. Lưu ý là các ví dụ dưới đây nhằm minh họa chứ không nhằm mục đích giới hạn sáng chế, và người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sẽ có thể thiết kế nhiều phương án khác mà không nằm ngoài sáng chế.

Ví dụ 1

Dung dịch nước được tạo ra từ nước máy được gia nhiệt đến nhiệt độ 60°C trong khi bổ sung natri lignosulfonat và sau đó là natri axetat, sau đó là chất chống tạo bọt trong khi khuấy. Lượng nước thích hợp được bảo quản riêng rẽ để điều chế amin và gồm. Trong khi đó, pha hữu cơ được tạo ra bằng cách làm nóng chảy pendimethalin kỹ thuật đến nhiệt độ 60°C và sau đó bổ sung polymetylen polyphenylisoxyanant và lượng có tác dụng diệt cỏ của clomazon trong khi khuấy. Pha nước và pha hữu cơ được duy trì ở nhiệt độ 60°C trong suốt phản ứng. Pha hữu cơ được nhũ hóa trong dung dịch nước đến cỡ hạt mong muốn. DETA (amin) được bổ sung vào nhũ tương tạo thành. Phản ứng được phép thực hiện trong 1 giờ trong khi duy trì nhiệt độ ở 60°C trong khi khuấy. Hỗn hợp phản ứng được phép làm nguội xuống nhiệt độ môi trường trong 15 phút trước khi trung hòa bằng HCl. Chế phẩm được trung hòa đến độ pH 8,0 trong điều kiện lạnh hoặc ở độ pH bằng 7 trong điều kiện ấm hơn. Chế phẩm được trung hòa được lọc qua lỗ sàng loại 60. Huyền phù đặc gồm xanthan – nước được điều chế riêng rẽ và được bổ sung vào chế phẩm trên dưới điều kiện khuấy mạnh trong thời gian ít nhất là 15 phút để tạo thành gồm hoàn toàn. Sau cùng, thuốc diệt sinh vật được bổ sung và sản phẩm cuối được lọc qua lỗ sàng loại 60. Cỡ hạt được đo bằng cách sử dụng Horiba LA-910 hoặc CILAS 1064. Chế phẩm tạo thành được so sánh với các đặc tính của chế phẩm được bán trên thị trường.

Bảng 1 dưới đây là thành phần của chế phẩm thu được bằng quy trình được mô tả trong quy trình trên.

Pha	Thành phần	Ví dụ 1
Pha nước	Nước Natri lignosulfonat Natri axetat	32,631 2,5 15,00

Pha dầu	Pendimethalin kỹ thuật 27 @ 96%	28,125
	Polymetylen polyphenylisoxyanant	1,853
	Clomazon 11,5 @ 96%	11,917
Amin	DETA (x 2)	0,954
	Nước	3,00
Chất khác	Axit trung hòa	1,020
	Xathan 2 % gồm	3,00

Mức độ nhuộm màu

Mức độ nhuộm màu được báo cáo ở trên được đo với sự hỗ trợ của thiết bị so màu Hunter LabScan XE. Mỗi thử nghiệm đã báo cáo được lặp lại 5 lần để khẳng định bản chất nhuộm màu hoặc không nhuộm màu của mẫu thử nghiệm trên các mẫu khác nhau và dưới các điều kiện thử nghiệm khác nhau. Để kết luận sự cải thiện về đặc tính không nhuộm màu của chế phẩm theo sáng chế, các thử nghiệm nhuộm màu được tiến hành trên băng dính và được lặp lại với băng vải để khẳng định lại sự phát hiện này.

Trong các thử nghiệm được báo cáo trên, thiết bị so màu được đo màu nhuộm màu để yên trên nền bằng cách đánh giá ba giá trị L^* , a^* và b^* đối với chất nhuộm mà tương ứng với việc xác định màu nhạt/đậm, xác định màu đỏ/xanh lá cây và xác định màu vàng/màu xanh nước biển tương ứng. Sự khác biệt giữa các giá trị được xác định cho mỗi mẫu được thử nghiệm tức là các mẫu theo sáng chế và mẫu được biết thông thường và của mẫu chuẩn được tính toán là các giá trị delta (Δ) tương ứng:

$\Delta a^* = a^* (\text{mẫu}) - a^* (\text{chuẩn})$, trong đó $+\Delta a^*$ có nghĩa là mẫu mà đỏ hơn mẫu chuẩn và $-\Delta a^*$ có nghĩa là mẫu xanh hơn mẫu chuẩn;

$\Delta b^* = b^* (\text{mẫu}) - b^* (\text{chuẩn})$, trong đó $+\Delta b^*$ có nghĩa là mẫu thử nghiệm có màu vàng hơn mẫu chuẩn và $-\Delta b^*$ có nghĩa là mẫu có màu xanh nước biển hơn mẫu chuẩn;

$\Delta L^* = L^* (\text{mẫu}) - L^* (\text{chuẩn})$, trong đó $+\Delta L^*$ có nghĩa là mẫu nhạt hơn mẫu chuẩn và $-\Delta L^*$ có nghĩa là mẫu đậm hơn mẫu chuẩn.

Tổng màu hoặc giá trị nhuộm màu, ΔE , sau đó được tính bằng cách sử dụng công thức sau:

$$\Delta E = \text{SQRT} [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]$$

Giá trị của ΔE càng lớn tương ứng với mức độ nhuộm màu càng hơn. Các mẫu nhuộm được chuẩn bị trên băng vải (Dính trong suốt Glass Cloth Electrical Tape) hoặc băng dính (Tesa, BDF Beiersdorf White Duct Tape). Các băng này được chọn để nghiên cứu sự khác nhau có thể về khả năng nhuộm màu của chế phẩm trên các bề mặt khác nhau. Nền có diện tích 2 inso x 2 inso (5cm x 5cm) được cắt từ giấy trong suốt có mẫu băng ở giữa. Lượng chế phẩm đủ được sử dụng cho các băng để tạo ra hình tròn có đường kính $\frac{3}{4}$ inso (2 cm). Chế phẩm được để yên trên băng trong 15 phút và sau đó được xả sạch hoàn toàn bằng chai phun tia nước. Thử nghiệm màu/chất nhuộm sau đó được thực hiện trong vòng 30 phút khi các mẫu được xả. Các mẫu trồng trên các băng mà không chứa chế phẩm được thử nghiệm đầu tiên trên thiết bị trừ đi các giá trị màu vốn có của chính các băng đó. Các mẫu nhuộm được chuẩn bị thành hai bản và mỗi mẫu được đo hai lần, một theo phương ngang và một theo phương thẳng đứng trên thiết bị so màu để loại bỏ ảnh hưởng của hướng thớ của băng. Điều này tạo ra bốn điểm số liệu đối với mỗi mẫu nhuộm. Do đó, việc xác định tổng nhuộm màu đối với mẫu theo sáng chế và các mẫu thông thường được tính toán đối với băng vải và băng dính bằng cách sử dụng công thức trên. Không liên quan đến giả thuyết bất kỳ, cũng tin rằng pendimethalin có đặc tính nhuộm màu mạnh, sẽ có xu hướng hấp thụ mạnh trên bề mặt hữu cơ như polyeste, vải, giấy v.v., do đó, cũng tin rằng việc so sánh các bề mặt thông thường như băng cứu thương, băng vải, băng dính sẽ tạo ra sự phản ánh chặt chẽ của việc nhuộm màu thông thường mà nông dân thường gặp phải như công việc hàng ngày.

Do đó bất ngờ phát hiện ra rằng chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế, và cụ thể hơn là thành phần pendimethalin được bao nang của chúng, có được hoạt tính không nhuộm màu đáng kể khi sử dụng nó. Tác dụng nhuộm màu được phát hiện là được làm giảm bằng với tỷ lệ bằng khoảng 5 hoặc ít nhất là tỷ lệ bằng khoảng 2 so với chế phẩm đã biết cho đến nay chứa pendimethalin được bao nang.

Cụ thể, đã bất ngờ phát hiện ra rằng thành phần pendimethalin của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế thể hiện nhuộm màu DE chỉ bằng 2,44 và 1,49 trên băng vải và băng dính tương ứng, trong khi đó chế phẩm thương mại gần nhất đã thể hiện mức độ nhuộm màu bằng 11,22 và 2,19 tương ứng. Không liên quan đến giả thuyết bất kỳ, được tin là sự có mặt của muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ đã ngăn ngừa sự nứt vỡ của màng viên nang polyme và làm giảm đặc tính nhuộm màu

của chế phẩm pendimethalin được bao vi nang thông thường, và sau đó là các đặc tính nhuộm màu của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế.

Các thử nghiệm nhuộm màu khác được tiến hành trên các nền khác nhau để so sánh đặc tính nhuộm màu của thành phần pendimethalin được bao nang của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế chứa muối hữu cơ khác của kim loại kiềm và kiềm thổ so với chế phẩm chứa muối vô cơ. Một lần nữa, ΔE càng lớn thể hiện là mức độ nhuộm màu càng lớn.

Bảng 2 chứng tỏ tổng mức độ giá trị nhuộm màu tích lũy đối với băng vải và băng cứu thương đối với thành phần pendimethalin của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế chứa dinatri suxinat đối với chế phẩm pendimethalin được bao nang chứa muối vô cơ có bán trên thị trường, còn được so sánh với chế phẩm về cơ bản không chứa muối. Đã bất ngờ phát hiện ra rằng chế phẩm chứa dinatri suxinat (8,600) chỉ nhuộm màu bằng một nửa chế phẩm có bán trên thị trường (16,348).

ΔE	Băng vải	Băng cứu thương	Tổng
Chế phẩm thương mại	7,453	8,895	16,348
Không muối	7,735	18,220	25,955
Dinatri suxinat	4,220	4,380	8,600

($\Delta E_{SD} = 0,5$)

Bảng 3 chứng tỏ tổng mức độ giá trị nhuộm màu của băng vải đối với thành phần pendimethalin được bao nang của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế chứa natri axetat đối với pendimethalin được bao nang chứa muối vô cơ có bán trên thị trường, còn được so sánh với chế phẩm về cơ bản không chứa muối. Đã bất ngờ phát hiện ra rằng chế phẩm chứa natri axetat (2,780) chỉ nhuộm màu bằng 1/3 so với chế phẩm có bán trên thị trường (7,453).

ΔE	Băng vải
Natri axetat	2,780
Chế phẩm thương mại	7,453
Không muối	7,735

($\Delta E_{SD} = 0,5$)

Bảng 4 chứng tỏ mức độ giá trị nhuộm màu đối với băng cứu thương đối với thành phần pendimethalin được bao nang của chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo sáng chế chứa dinatri suxinat đối với chế phẩm chứa muối vô cơ có bán trên thị trường, còn được so sánh với chế phẩm về cơ bản không chứa muối. Đã bất ngờ phát hiện ra rằng chế

phẩm chứa dinatri suxinat (4,380) chỉ nhuộm màu bằng một nửa chế phẩm có bán trên thị trường (8,895).

ΔE	Bảng cứu thương
Dinatri suxinat	4,380
Chế phẩm thương mại	8,895
Không muối	18,220

($\Delta E_{SD} = 0,5$)

Đánh giá nhuộm màu gián tiếp

Đánh giá nhuộm màu tương đối được thực hiện gián tiếp bằng cách gieo chế phẩm vi nang trực tiếp trên băng dính trong suốt và quan sát sau khoảng thời gian từ 2 đến 3 giờ. Vết pendimethalin được nhìn thấy trên các băng sau khi rửa sạch chế phẩm đã được phun. Mức độ nhuộm màu trên băng vải được xác định về mặt số lượng bằng cách chiết pendimethalin bằng metanol và phân tích nó trên GC.

Băng dính trong suốt – 231 được sử dụng để đánh giá thuốc nhuộm. Mẫu băng có kích thước 4,8 cm X 4,8cm (23,04 cm²) được dán trong đĩa petri. Các mẫu tương ứng với lượng băng 0,25 – 0,35 gam được sử dụng cho băng và trải trên băng một cách cẩn thận. Các băng đã sử dụng chế phẩm sau đó được giữ trong 2-3 giờ ở nhiệt độ phòng. Các băng sau đó được rửa dưới vòi nước mà không chà xát để loại bỏ chế phẩm đã được sử dụng. Sau đó các băng được quan sát đối với vết pendimethalin. Các vết nhuộm sau đó được định lượng bằng cách chiết pendimethalin lỏng, mà chịu trách nhiệm chính đối với việc nhuộm màu, với metanol. Lượng pendimethalin đã lỏng được định lượng bằng GC bằng phương pháp nội chuẩn đối với dung dịch pendimethalin chuẩn. Kết quả của thử nghiệm nhuộm màu pendimethalin xác nhận được lập bảng dưới đây:

Mẫu	Băng	Mg của vết pendimethalin/cm ² trong 3 giờ	Mg trung bình của vết pendimethalin/cm ² trong 3 giờ	Tỷ lệ của vết pendimethalin trong 3 giờ so với chế phẩm EC
Pendimethalin 26,75% + clomazon 11,25% CS được cùng bao nang	Băng dính trong suốt-1	0,00000488	0,00000400	0,26
	Băng dính trong suốt-2	0,00000312		
UPL - Pendimethalin	Băng dính trong suốt-1	0,00000480	0,00000464	0,30

38,7 % CS	Băng dính trong suốt-2	0,00000448		
Mẫu chứa pendimethalin được bao nang chứa muối vô cơ 38,7 % có bán trên thị trường	Băng dính trong suốt-1	0,00001200	0,00001232	0,79
	Băng dính trong suốt-2	0,00001264		
Chế phẩm EC Pendimethalin 30%	Băng dính trong suốt-1	0,00166104	0,00155108	100,00
	Băng dính trong suốt-2	0,00144112		

Kết luận

1. Thành phần pendimethalin được bao nang chứa muối axit hữu cơ đã biểu hiện việc nhuộm màu giảm khoảng 60% khi được sử dụng một mình so với chế phẩm pendimethalin được bao nang có bán trên thị trường.

2. Thành phần pendimethalin được bao nang, khi được bao nang cùng với clomazon, đã biểu hiện việc nhuộm màu giảm thêm 10%-15%.

Ví dụ 2

Tốc độ giải phóng chế phẩm viên nang theo sáng chế được nghiên cứu và các kết quả được thể hiện như bảng 1 thể hiện dưới đây và Fig.1 kèm theo.

Loại viên nang	Thành phần hoạt tính tự do	5 phút	15 phút	30 phút	60 phút	120 phút	180 phút	240 phút	300 phút
Viên nang pendimethalin tốc độ giải phóng 3,5% (đồ thị thứ ba từ trên xuống)	0,13	7,01	10,72	16,79	44,9	78,7	87,82	92,8	95,9
Viên nang pendimethalin tốc độ giải phóng 5,5% (đồ thị thứ năm từ trên xuống)	0,09	3,19	9,3	17,54	46,65	75,33	86,72	92,3	95,78
Hỗn hợp vật lý của viên	0,14	2,41	5,26	6,68	10,62	28,32	44,36	56,01	63,74

nang pendimethalin tốc độ giải phóng 3,5% (đồ thị thứ sáu từ trên xuống)									
Viên nang clomazon tốc độ giải phóng 3,5% (đồ thị thứ hai từ trên xuống)	9,1	31,39	89,4	100	-	-	-	-	-
Viên nang clomazon tốc độ giải phóng 5,5% (đồ thị thứ ba từ trên xuống)	5,32	16,2	76,07	93,78	-	-	-	-	-
Hỗn hợp của viên nang clomazon tốc độ giải phóng 5,5% (đồ thị thứ nhất)	49,57	63,36	98,88	100	-	-	-	-	-

Ví dụ 3: Sự trộn lẫn pendimethalin+clomazon CS

A. Thành phần pendimethalin 42 % CS (Đậm đặc)

Cỡ mẻ	% khối lượng
Pendimethalin kỹ thuật 42 @96	43,750
PMPI	1,262
Nước	35,638
Natri ligno sulphonat	2,500
Na- axetat	15,000
DETA	0,650
Chất khử bọt, thuốc diệt sinh vật và axit trung hòa	Vừa đủ
Tổng	100,000

Điều chế pha hữu cơ: Lượng pendimethalin cần thiết, được làm nóng chảy trước đó hoặc được tạo bột, được nạp vào bình phản ứng. Các thành phần kỹ thuật được làm nóng chảy và nguyên liệu hoạt tính được duy trì trong suốt khoảng nhiệt độ từ 62 đến 67°C. Lượng PMPI cần thiết sau đó được nạp và được khuấy để đồng nhất.

Điều chế pha hữu cơ: Lượng cần thiết của nước cất được nạp vào trong bình phản ứng. Sau đó, natri lignosulfonat được nạp và được khuấy để hòa tan. Natri axetat khan sau đó được nạp, được khuấy và được duy trì ở khoảng nhiệt độ từ 62 đến 67°C.

Dung dịch amin: Khoảng 3% nước (ngoài tổng lượng nước được tính toán) được lấy và được nạp lượng amin được tính toán. Dung dịch được khuấy để đồng nhất.

Việc đồng nhất: Pha nước được đồng nhất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 62 đến 67°C ở tốc độ vòng/phút chậm bằng khoảng 500 vòng/phút. Chất khử bọt được nạp vào dung dịch sau đó vào pha hữu cơ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 62 đến 67°C. Nguyên liệu thu được được đồng nhất lần nữa ở tốc độ 6000 vòng/phút để đạt cỡ hạt mong muốn D_{100} trong khoảng từ 18-23 micron và D_{50} trong khoảng từ 6-7,5 micron.

Việc bao vi nang: Dung dịch đã được đồng nhất được lấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 62 đến 67°C và dung dịch amin được bổ sung từ từ trong khi khuấy. Tiếp tục khuấy trong khi nhiệt độ được duy trì ở khoảng từ 62 đến 67°C trong 1 giờ. Nguyên liệu sau đó được làm mát xuống nhiệt độ phòng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 35°C. Nguyên liệu đã được làm mát được trung hòa để đạt được độ pH bằng 7,4 đến 7,8 bằng cách sử dụng dung dịch axit clohydric 35,5%.

B. Thành phần clomazon 35,3% CS đậm đặc:

Thành phần	% khối lượng
Clomazon kỹ thuật	36,510
PMPI	1,952
Dầu đậu nành được epoxy hóa	8,826
Natri ligno sulphonat	1,099
Nước	37,72
DETA	0,987
Axit trung hòa, thuốc diệt sinh vật, chất khử bọt và canxi clorua	12,90

Điều chế pha hữu cơ: Lượng clomazon kỹ thuật cần thiết được nạp vào bình phản ứng và dầu đậu nành được epoxy hóa được bổ sung. Hỗn hợp tạo thành được khuấy để đồng nhất. Lượng PMPI cần thiết được bổ sung lần nữa và được khuấy để đồng nhất.

Điều chế pha nước: Lượng nước cất cần thiết được nạp vào bình phản ứng và rượu polyvinyllic được bổ sung và được khuấy để thu được dung dịch. Natri lignosulfonat được nạp và được khuấy cho đến khi hòa tan.

Điều chế dung dịch amin: Khoảng 3% lượng được tính toán của nước được bổ sung vào lượng amin cần thiết và được khuấy để đồng nhất.

Việc đồng nhất: Pha nước được đồng nhất ở tốc độ vòng/phút chậm (khoảng 500 vòng/phút) và chất khử bọt được nạp vào dung dịch. Pha hữu cơ sau đó được nạp ở nhiệt độ phòng và hỗn hợp được đồng nhất ở tốc độ vòng/phút tối đa bằng khoảng 6000 vòng/phút. Thu được cỡ hạt nằm trong khoảng từ 18 đến 23 micron và D₅₀ nằm trong khoảng từ 6 đến 7,5 micron.

Bao nang: Lấy dung dịch đã được đồng nhất ở trên mà được bổ sung dung dịch amin trong khi khuấy. Nhiệt độ được duy trì ở 50°C trong 1 giờ và tiếp tục khuấy. Nguyên liệu được làm nguội sau một giờ đến nhiệt độ phòng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 35°C và canxi clorua được bổ sung. Hỗn hợp được khuấy để đồng nhất. Nguyên liệu thu được được trung hòa đến độ pH nằm trong khoảng từ 7,4 đến 7,8 bằng cách sử dụng 34-37% dung dịch axit clohydric.

C. Hỗn hợp vật lý

Thông số	Lượng	% hoạt tính được yêu cầu trong chế phẩm
Cỡ mẻ	100 g	
Pendimethalin tinh khiết được bao nang	42g	26,76% khối lượng pendimethalin
Clomazon tinh khiết được bao nang	35,3g	11,24% khối lượng clomazon
Điều chế chế phẩm hỗn hợp cuối cùng		
Pendimethalin được bao nang 27g @ độ tinh khiết 42%	64,29	Thành phần pendimethalin được bao nang
Clomazon 11,5 g @ độ tinh khiết 35,3%	32,12	Thành phần clomazon được bao nang
Gôm	1,50	Chất tạo cấu trúc
Thuốc diệt sinh vật	0,12	Thuốc diệt sinh vật
Nước	2,09	Chất pha loãng
Tổng	100,00	

Điều chế gôm xanthan gel: Lấy 98 gam nước và làm ấm đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 65 đến 70°C. Bổ sung 2 gam gôm xanthan trong khi khuấy và trộn tiếp để thu được gel đồng nhất.

Lượng cần thiết của chế phẩm đã được trộn được bao nang được lấy và được khuấy đến khi đạt được thể đồng nhất. Nước là chất pha loãng được bổ sung và hỗn hợp được khuấy lần nữa. Hỗn hợp tạo thành được bổ sung vào dung dịch gôm xanthan đã

được điều chế ở trên để thu được độ nhót mong muốn. Sản phẩm cuối được phân tích và được đóng gói vào trong vật chứa thích hợp.

Ưu điểm của sáng chế

1. Đã phát hiện ra rằng chế phẩm chứa hỗn hợp vật lý của vi nang chứa clomazon và pendimethalin riêng rẽ đã biểu hiện sự giải phóng nhanh của clomazon và sự giải phóng chậm của pendimethalin.

2. Đã phát hiện ra rằng trong chế phẩm chứa clomazon và pendimethalin được cùng bao vi nang, sự có mặt của pendimethalin đã làm chậm sự giải phóng của clomazon, mong muốn đạt được tổn thương vị trí cách xa vị trí dùng chế phẩm nhỏ hơn đáng kể được gây ra với clomazon.

3. Độ dày của màng tăng từ 3,5% đến 5,5% cũng đã làm chậm sự giải phóng của clomazon trong khi nó không làm thay đổi đáng kể tốc độ giải phóng pendimethalin.

4. Sáng chế đạt được sự kiểm soát tốc độ giải phóng của cả pendimethalin và clomazon, đặc biệt là bằng cách kiểm soát độ bền màng theo tỷ lệ phần trăm và bởi vì sự có mặt đồng thời của clomazon và pendimethalin.

5. Sáng chế đạt được thành phần hoạt tính tự do của pendimethalin và clomazon giảm nhờ đó nhuộm màu và tổn thương vị trí cách xa vị trí dùng chế phẩm được giảm đáng kể của thực vật không được dự đoán.

6. Sáng chế làm giảm độc tính với thực vật xảy ra do clomazon bằng cách làm giảm đáng kể áp suất hơi của clomazon.

7. Sáng chế về cơ bản làm giảm sự xuất hiện của sự nhuộm màu do pendimethalin.

8. Sáng chế đạt được sự kiểm soát dư lượng của cả pendimethalin và clomazon trong thời gian dài.

9. Sáng chế đề xuất chế phẩm huyền phù dạng viên nang mà về cơ bản không chứa dung môi hữu cơ.

Trong đó sự viện dẫn trên đây đã được thực hiện với thành phần có thành phần tương đương đã biết, sau đó thành phần tương đương như vậy được kết hợp ở đây như khi được nêu một cách riêng rẽ.

Do đó, sẽ hiểu rằng các thay đổi có thể được thực hiện với các khía cạnh và các phương án theo sáng chế được mô tả ở trên mà không nằm ngoài các nguyên tắc được nêu ở đây. Các ưu điểm bổ sung của sáng chế sẽ trở nên hiển nhiên với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sau khi xem xét các dạng nguyên tắc cụ thể như được thảo luận và được minh họa. Do đó, sẽ hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn bởi các phương án cụ thể được mô tả hoặc được minh họa, nhưng được dự định để bao hàm tất cả các thay đổi hoặc biến đổi mà đều nằm trong phạm vi của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm huyền phù dạng viên nang chứa:

chế phẩm chứa: pendimethalin được bao vi nang chứa lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang trong màng polyure polyme;

vi nang bao nang pendimethalin này, trong đó vi nang này chứa màng polyme của polyure tạo thành từ chế phẩm với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến khoảng 20% khối lượng;

pha nước chứa ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm axit axetic, axit propionic, axit xitric, axit fumaric, axit tartric, axit suxinic, axit valeric, axit malonic, axit glutaric, axit adipic và axit phtalic, trong đó ít nhất một muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ này của axit hữu cơ có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2% đến khoảng 55% khối lượng của chế phẩm; và

thuốc diệt cỏ thứ hai được bao vi nang đồng thời với pendimethalin hoặc có thể không được bao nang hoặc có thể được bao nang riêng rẽ và được trộn lẫn với pendimethalin được bao nang;

trong đó, chế phẩm huyền phù dạng viên nang này có đặc tính nhuộm màu giảm so với chế phẩm huyền phù dạng viên nang trong đó muối kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của axit hữu cơ không nằm trong pha nước nêu trên; và

trong đó thuốc diệt cỏ thứ hai nêu trên thể hiện quá trình giải phóng chậm và hàm lượng tự do giảm trong sự có mặt của pendimethalin được bao nang.

2. Chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo điểm 1, trong đó thuốc diệt cỏ thứ hai được bao nang đồng thời với pendimethalin trong vi nang.

3. Chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo điểm 1, trong đó thuốc diệt cỏ thứ hai được bao nang riêng rẽ và trộn lẫn với lượng có tác dụng diệt cỏ của pendimethalin được bao nang.

4. Chế phẩm huyền phù dạng viên nang theo điểm 1, trong đó thuốc diệt cỏ thứ hai là clomazon.

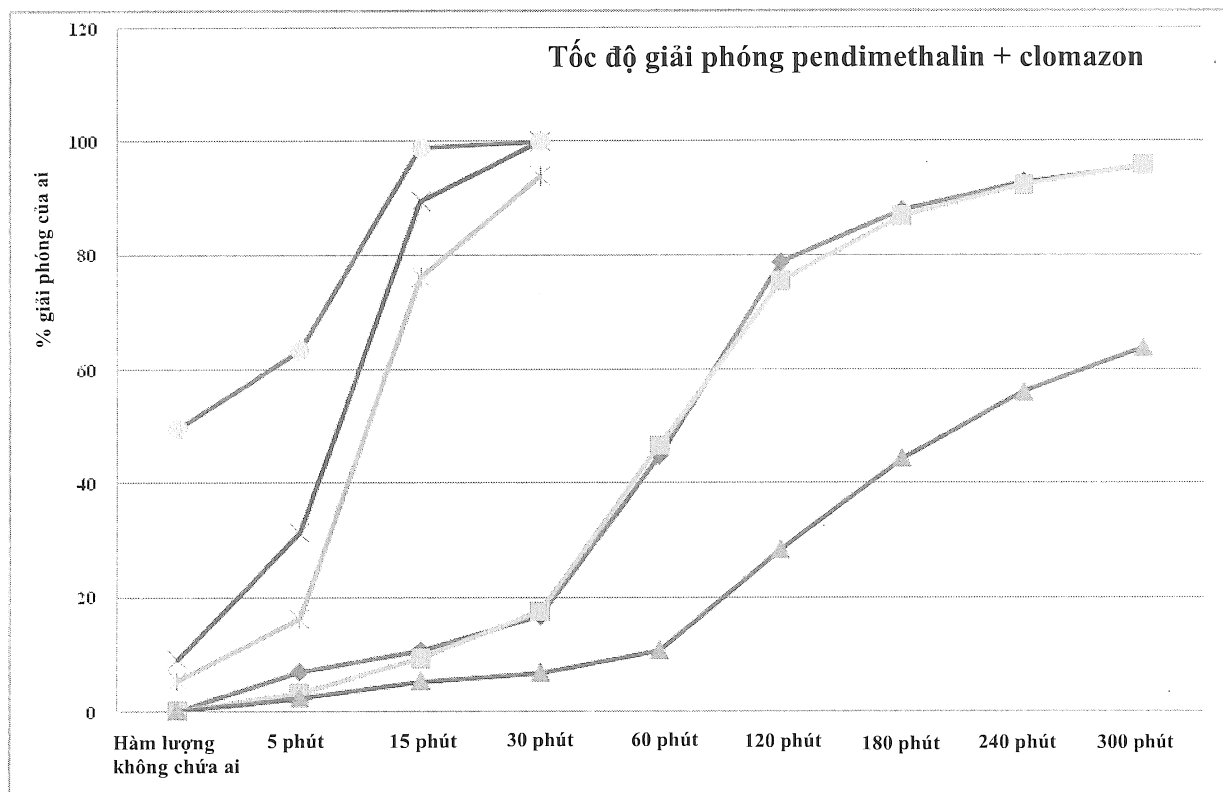


Fig.1

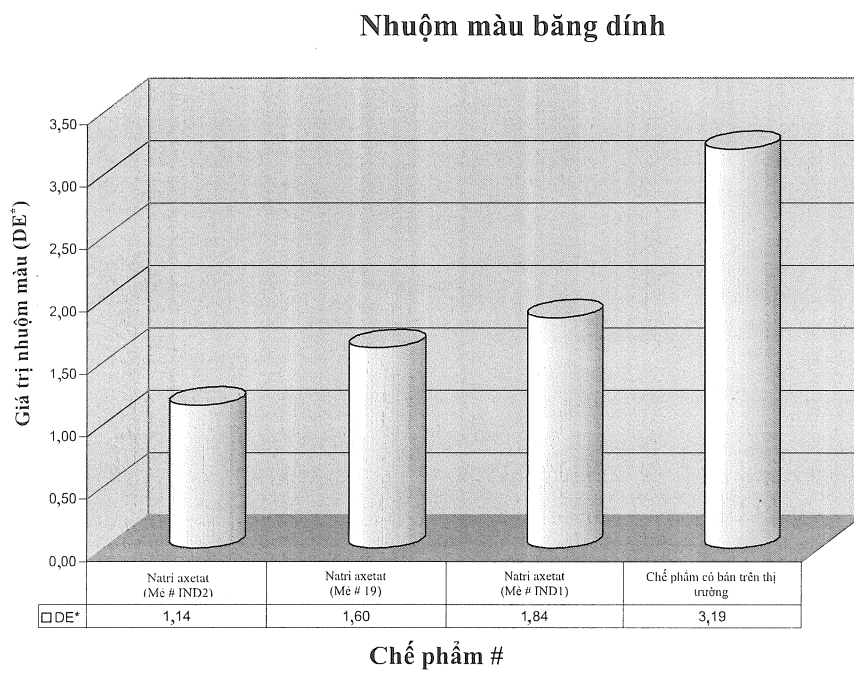


Fig.2

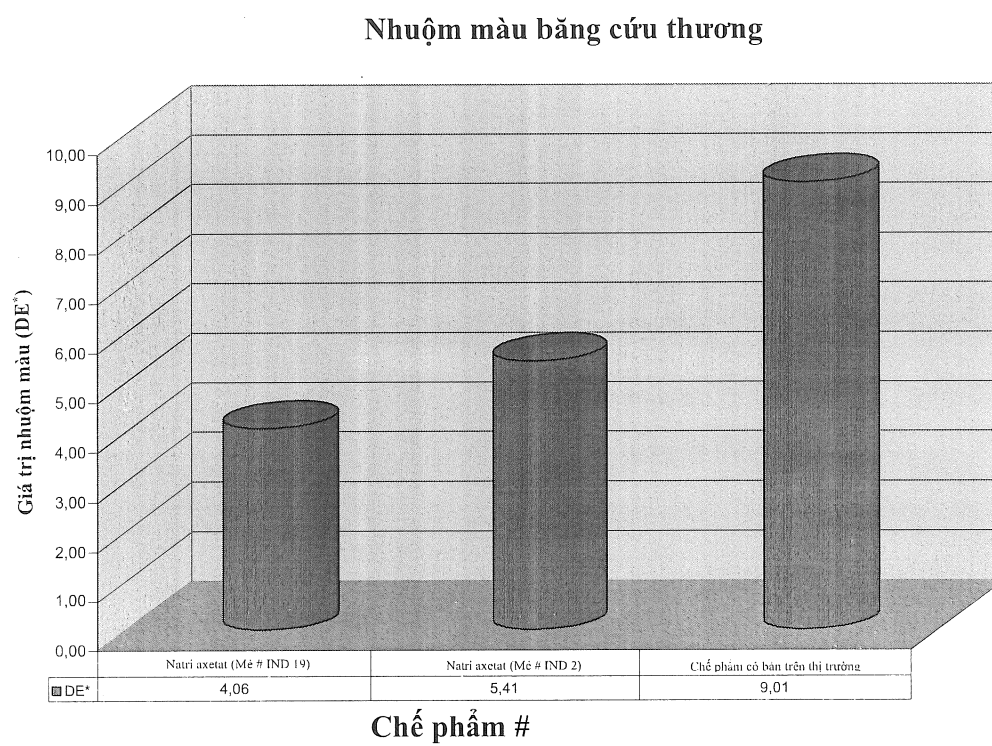


Fig.3

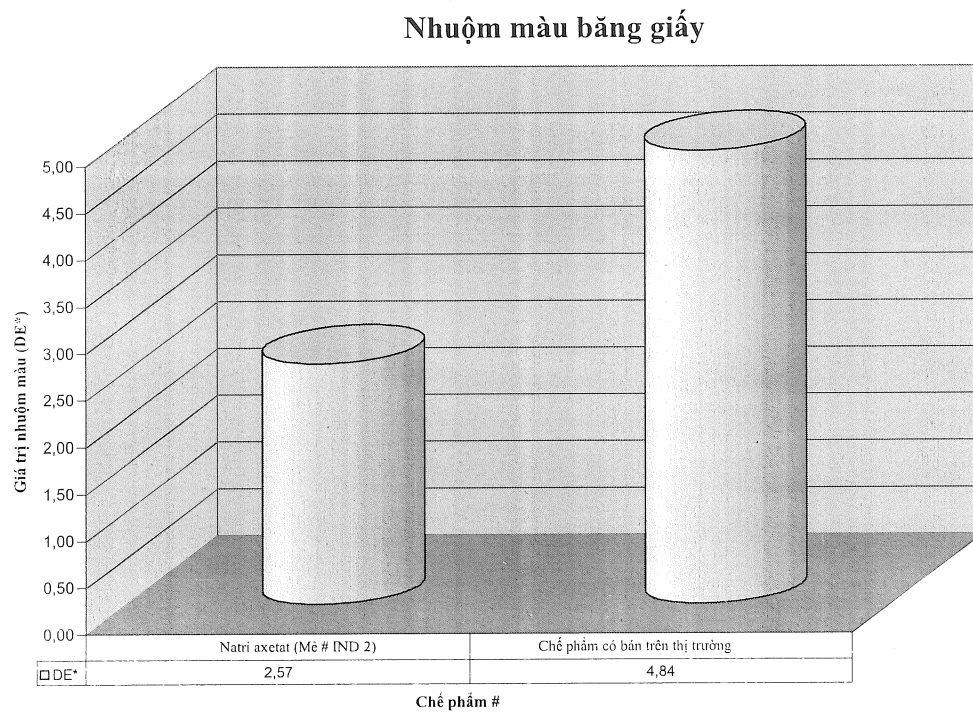


Fig.4

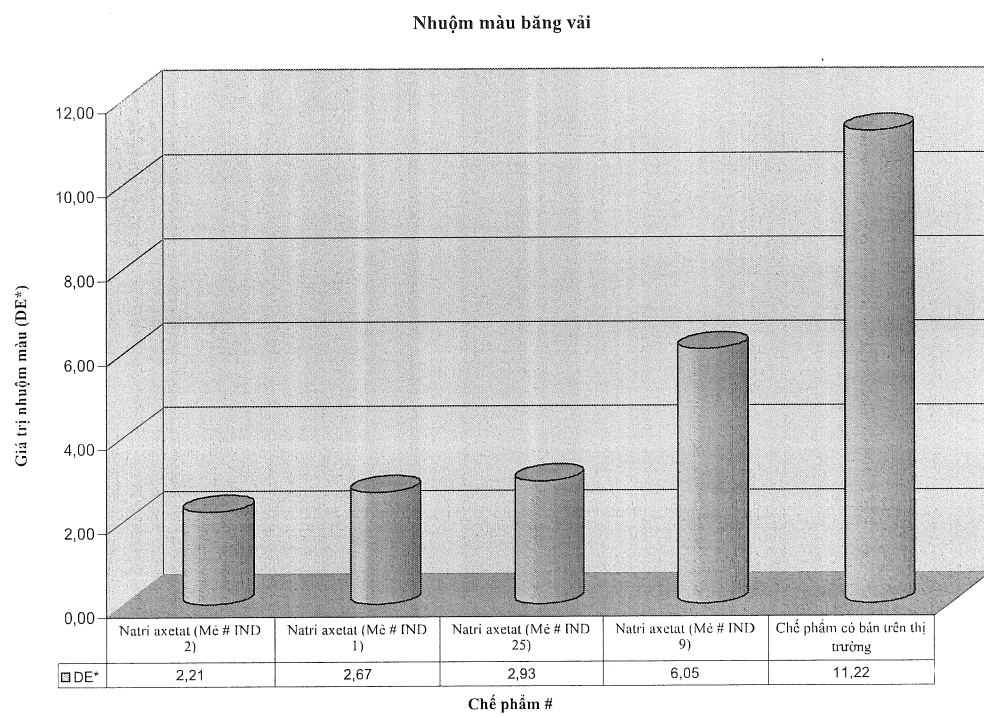


Fig.5