



(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)



1-0031216

(51)⁷ C07C 311/47; A01N 47/30; A01P 13/00 (13) B

(21) 1-2014-02568

(22) 08/02/2013

(86) PCT/EP2013/052534 08/02/2013

(87) WO/2013/117691 15/08/2013

(30) 1202393.3 09/02/2012 GB

(45) 25/02/2022 407

(43) 26/01/2015 322A

(73) Syngenta Limited (GB)

European Regional Centre, Priestley Road, Surrey Research Park, Surrey, Guildford
Surrey GU2 7YH (GB)

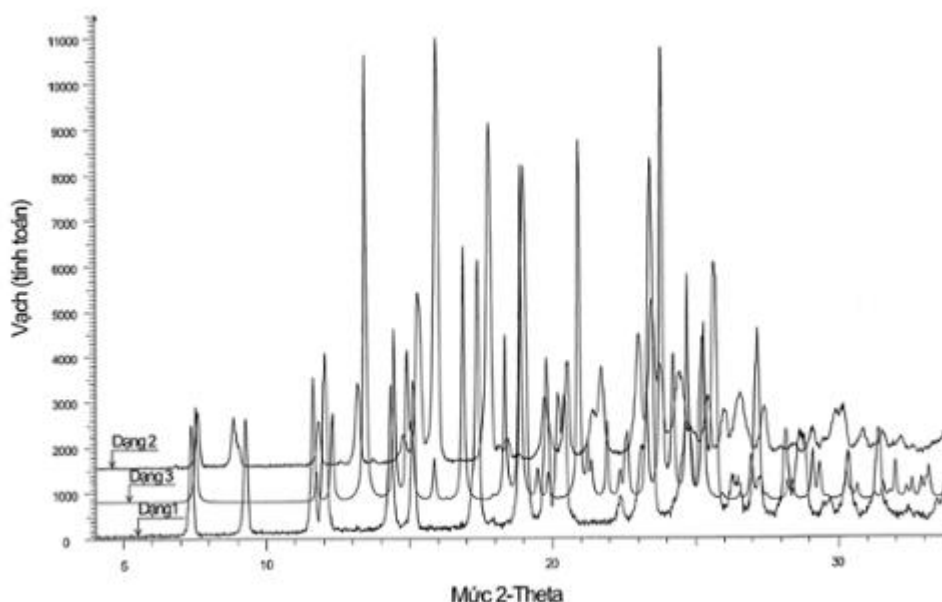
(72) JONES, Ian Kevin (GB); GEORGE, Neil (GB); HONE, John (GB).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) HỢP CHẤT N-(2-METOXYBENZOYL)-4-

[(METYLAMINOCARBONYL)AMINO] BENZENSULFONAMIT DẠNG ĐA
HÌNH KẾT TINH, CHẾ PHẨM NÔNG NGHIỆP CHỨA HỢP CHẤT NÀY VÀ
PHƯƠNG PHÁP BẢO VỆ CÂY TRỒNG

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất N-(2-metoxybenzoyl)-4-[(metylaminocarbonyl)amino]
benzensulfonamid dạng đa hình kết tinh, chế phẩm nông nghiệp chứa các hợp chất này,
phương pháp bảo vệ cây trồng là cây hữu ích và phương pháp diệt cỏ dại.

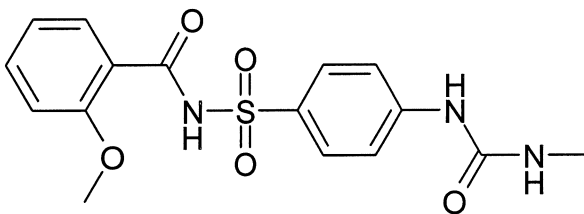


Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các hợp chất N-(2-metoxycarbonyl)-4-[(methylaminocarbonyl)amino] benzensulfonamid dạng đa hình kết tinh, chế phẩm nông nghiệp chứa các hợp chất này, phương pháp bảo vệ cây trồng là cây hữu ích và phương pháp diệt cỏ dại.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chất an toàn cho thuốc diệt cỏ bảo vệ chọn lọc cây trồng khỏi tổn hại do thuốc diệt cỏ mà không làm giảm hoạt tính với các loài cỏ dại đích. Chúng thường được dùng trong thương mại để cải thiện tính chọn lọc diệt cỏ giữa cây trồng và các loài cỏ dại và có thể được áp dụng, ví dụ như, dưới dạng trộn lẫn với thuốc diệt cỏ hoặc dưới dạng xử lý hạt cho hạt giống cây trồng trước khi gieo. Tài liệu đơn sáng chế số US 5,215,570 bộc lộ rằng một số dẫn xuất N-axylsulfamoylphenylure có thể có tác dụng làm các chất an toàn. Cụ thể là hợp chất có công thức (I), N-(2-metoxycarbonyl)-4-[(methylaminocarbonyl)amino] benzensulfonamid, được bộc lộ:



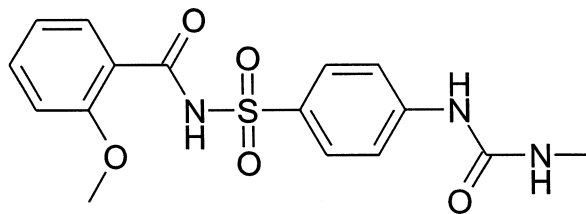
(I)

Chất an toàn này thích hợp để bảo vệ cây trồng khỏi tác động độc cây của, ví dụ như, các thuốc diệt cỏ axylxyclohexandion, sulphonylure, cloaxetanilit và axit aryloxyphenoxypropionic.

Các dạng rắn mới của hợp chất này, các chế phẩm của chúng và các phương pháp điều chế và sử dụng chúng đã được khám phá.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo đó, mục đích của sáng chế là đề cập đến hợp chất N-(2-metoxybenzoyl)-4-[(metylaminocarbonyl)amino] benzensulfonamit dạng đa hình kết tinh có công thức I,



(I)

trong đó, hợp chất dạng đa hình kết tinh này được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

- (a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;
- (b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và
- (c) ít nhất là ba giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột của các hợp chất dạng đa hình kết tinh của N-(2-metoxybenzoyl)-4-[(metylaminocarbonyl)amino] benzensulfonamit được gọi là dạng 1, dạng 2 và dạng 3, trong đó các vạch nhiễu xạ của dạng 2 và 3 là vạch dự đoán được từ cấu trúc đơn tinh thể và vạch của dạng 1 thu được qua phân tích nhiễu xạ tia X của bột.

Fig.2 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 2, (b) dạng 3 và (c) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 2 ngày.

Fig.3 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 1, (b) dạng 2, (c) dạng 3 và (d) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 2 ngày (e) bột nhão ở 60°C được phân tích sau 2 ngày.

Fig.4 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 2, (b) bột nhão ở 60°C được phân tích sau 8 ngày và (c) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 8 ngày.

Fig.5 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 2 (b) dạng 3, (c) bột nhão ở 60°C được phân tích sau 8 ngày và (d) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 8 ngày.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một khía cạnh của sáng chế, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

(a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;

(b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và

(c) ít nhất là ba, ít nhất là bốn, ít nhất là năm, ít nhất là sáu hoặc toàn bộ các giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.

Theo một phương án, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

(a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;

(b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và

(c) ít nhất là ba giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.

Theo phương án khác, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

(a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;

(b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và

(c) ít nhất là bốn giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.

Theo phương án khác, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

- (a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;
- (b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và
- (c) ít nhất là năm giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.

Theo phương án khác, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

- (a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;
- (b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và
- (c) ít nhất là sáu giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.

Theo phương án khác, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

- (a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;
- (b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và
- (c) tất cả các giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.

Các giá trị góc 2θ này được lấy từ hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột của hợp chất dạng đa hình kết tinh 2 thu được khi dùng phương pháp của ví dụ 1d. Các giá trị này được tạo ra khi dùng độ dài sóng $1,54056\text{\AA}$ với độ lớn bước 2θ là $0,02^\circ$.

Theo một phương án, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 có điểm nóng chảy là $216^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$. Điểm nóng chảy này thu được khi dùng phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) với tốc độ gia nhiệt là $10^\circ\text{C}/\text{phút}$.

Theo một phương án khác của sáng chế, hợp chất có công thức I dạng đa hình kết tinh, dạng chỉ định 2, được đặc trưng bởi các thông số tế bào đơn vị của đơn tinh thể của nó như được thể hiện trong bảng 1. Hợp chất dạng đa hình kết tinh thu được khi dùng phương pháp theo ví dụ 1d.

Bảng 1

Loại	Hệ trục thoi
Nhóm không gian	Pbca
Chiều dài tế bào (Å)	a = 19,38(5) b = 7,34(5) c = 22,95(5)
Góc tế bào (°)	$\alpha = 90,00$ $\beta = 90,00$ $\gamma = 90,00$
Thể tích (Å ³)	3264,8(5)
Z	8

Trong bảng, a, b, c = độ dài mép của tế bào đơn vị; α , β , γ = các góc của tế bào đơn vị; và Z = số phân tử trong mỗi tế bào.

Hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 2 có các thông số mạng lưới sau: a=19,38(5), b=7,34(5), c=22,95(5), $\alpha = 90,00$, $\beta = 90,00$, $\gamma = 90,00$ và thể tích = 3264,8(5) Å³.

Cũng được bộc lộ là hợp chất có công thức I dạng đa hình kết tinh, dạng chỉ định 1, dạng này được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm ít nhất là ba, ít nhất là bốn, ít nhất là năm, ít nhất là sáu, ít nhất là 7 hoặc toàn bộ các giá trị góc 2θ (tính theo độ) được chọn từ nhóm bao gồm $7,4 \pm 0,2$, $9,3 \pm 0,2$, $11,7 \pm 0,2$, $12,0 \pm 0,2$, $14,3 \pm 0,2$, $15,1 \pm 0,2$, $17,4 \pm 0,2$ và $19,0 \pm 0,2$. Các giá trị góc 2θ này được lấy ra từ hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột của hợp chất dạng đa hình kết tinh 1 thu được khi sử dụng phương pháp theo ví dụ 1a. Các giá trị này được tạo ra khi dùng chiều dài sóng 1,54056Å với độ lớn bước 2θ là $0,02^\circ$.

Hợp chất có công thức I dạng đa hình kết tinh dạng chỉ định 1 có điểm nóng chảy là $198^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$. Điểm nóng chảy này thu được khi dùng phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) với tốc độ gia nhiệt là $10^\circ\text{C}/\text{phút}$.

Cũng được bộc lộ là hợp chất có công thức I dạng đa hình kết tinh, dạng chỉ định 3, dạng này được đặc trưng bởi các thông số tế bào đơn vị của đơn tinh thể của nó như được thể hiện trong bảng 2. Hợp chất dạng đa hình kết tinh thu được khi dùng phương pháp của ví dụ 1e.

Bảng 2

Loại	Hệ đơn nghiêng
Nhóm không gian	$P2_1/n$
Chiều dài tế bào (Å)	$a = 7,96(5)$ $b = 23,56(5)$ $c = 9,11(5)$
Góc tế bào ($^\circ$)	$\alpha = 90,00$ $\beta = 92,58(5)$ $\gamma = 90,00$
Thể tích (Å ³)	1708,2(5)
Z	4

Trong bảng, a, b, c = độ dài mép của tế bào đơn vị; α , β , γ = các góc của tế bào đơn vị; và Z = số phân tử trong mỗi tế bào.

Hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 3 có các thông số mạng lưới sau: $a=7,96(5)$, $b=23,56(5)$, $c=9,11(5)$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 92,58(5)$, $\gamma = 90,00$ và thể tích = 1708,2(5) Å³.

Hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 3 cũng được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

(a) một giá trị góc 2θ ở $16,9 \pm 0,2$;

(b) một giá trị góc 2θ ở $18,9 \pm 0,2$; và

(c) ít nhất là ba, ít nhất là bốn, ít nhất là năm, ít nhất là sáu, ít nhất là bảy, ít nhất là tám, ít nhất là chín, ít nhất là mười hoặc toàn bộ các giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,5 \pm 0,2$, $12,3 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $14,4 \pm 0,2$, $14,9 \pm 0,2$, $15,8 \pm 0,2$, $18,3 \pm 0,2$, $20,9 \pm 0,2$, $21,9 \pm 0,2$, $22,6 \pm 0,2$ và $23,8 \pm 0,2$.

Các giá trị góc 2θ này được lấy từ hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột của hợp chất dạng đa hình kết tinh 3 thu được khi dùng phương pháp của ví dụ 1e. Các giá trị này được tạo ra khi dùng độ dài sóng 1,54056Å với độ lớn bước 2θ là $0,02^\circ$.

Hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng chỉ định 3 cũng có điểm nóng chảy là $202^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Điểm nóng chảy này thu được khi dùng phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) với tốc độ gia nhiệt là $10^{\circ}\text{C}/\text{phút}$.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, hợp chất dạng đa hình kết tinh là dạng tinh thể riêng biệt của một hợp chất hóa học mà nó có thể tồn tại trong nhiều hơn một dạng tinh thể ở trạng thái rắn. Hợp chất dạng đa hình kết tinh chứa đựng các phân tử thành phần được sắp xếp theo các mẫu trật tự lặp lại mở rộng trên tất cả ba chiều không gian (ngược lại, dạng rắn đa hình không có sự sắp xếp trật tự trong vị trí của các phân tử). Hợp chất dạng đa hình kết tinh khác nhau có các sắp xếp khác nhau của các nguyên tử và hoặc các phân tử trong cấu trúc tinh thể của chúng. Khi hợp chất là hợp chất có hoạt tính sinh học, ví dụ như chất an toàn, sự khác nhau về cấu trúc tinh thể có thể dẫn đến các hợp chất dạng đa hình khác nhau có các tính chất hóa học, vật lý và sinh học khác nhau. Các tính chất có thể bị ảnh hưởng bao gồm hình dạng tinh thể, tỷ trọng, độ cứng, màu sắc, tính ổn định hóa học, điểm nóng chảy, tính hút ẩm, khả năng tạo huyền phù, tốc độ hòa tan và hiệu lực sinh học. Như vậy, một hợp chất dạng đa hình kết tinh riêng biệt có thể có các tính chất làm cho nó thuận lợi hơn trong một ứng dụng cụ thể so với chất đa hình khác của cùng hợp chất: cụ thể là, các tính chất hóa học, vật lý và sinh học được liệt kê trên có thể có ảnh hưởng đáng kể đến sự phát triển của các phương pháp sản xuất và các chế phẩm cũng như chất lượng và hiệu lực của các tác nhân xử lý cây, được dùng làm làm các chất an toàn. Lưu ý rằng việc dự đoán trạng thái rắn của một hợp chất có thể tồn tại dưới dạng nhiều hơn một hợp chất dạng đa hình kết tinh là không thể và cũng không có khả năng dự đoán các tính chất của mỗi dạng tinh thể này. Cụ thể là, trong ngữ cảnh của sáng chế, đã nhận thấy rằng hợp chất có công thức (I) có thể tồn tại dưới dạng hợp chất dạng đa hình kết tinh dạng chỉ định 2 ổn định mà nó là thuận lợi do tính ổn định của nó so với dạng 1 và dạng 3, nó làm giảm lượng kết tinh xảy ra trong các chế phẩm của hợp chất có công thức (I) khi các dạng giả bền theo thời gian chuyển thành dạng bền. Sự kết tinh như vậy là bất lợi vì nó có thể dẫn đến làm đặc và có xu thế làm đông cứng chế phẩm và/hoặc các tinh thể lớn, điều này có thể dẫn đến kẹt thiết bị áp dụng, chẳng hạn trong hòng phun ở máy ứng dụng nông nghiệp. Như vậy, hợp chất dạng đa hình kết tinh dạng chỉ định 2 được ưu tiên.

Sáng chế cũng đề cập đến các phương pháp điều chế các hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế hoặc là trực tiếp (tức là không bắt đầu bằng các dạng rắn khác

của hợp chất có công thức I) hoặc bằng cách chuyển hóa các dạng rắn khác của hợp chất có công thức I.

Thử nghiệm pha rắn đối với sự có mặt của các tinh thể có thể được tiến hành bởi các phương pháp thông thường đã biết trong kỹ thuật. Ví dụ như, thuận tiện và thông thường là dùng các kỹ thuật nhiễu xạ tia X của bột. Các kỹ thuật khác có thể được dùng bao gồm phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC), phân tích nhiệt trọng (TGA) và phổ Raman hoặc hồng ngoại, NMR, sắc ký khí hoặc HPLC. Nhiễu xạ tia X đơn tinh thể là đặc biệt hữu ích trong nhận dạng cấu trúc tinh thể.

Các hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế có thể được áp dụng dưới dạng nguyên chất, nhưng tốt hơn là kết hợp vào các chế phẩm nông hóa bằng các cách thông thường. Vì vậy, theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất chế phẩm nông hóa bao gồm hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế như được định nghĩa ở trên và ít nhất là một chất mang hoặc chất pha loãng chấp nhận được cho nông nghiệp. Theo một phương án, chế phẩm theo sáng chế bao gồm thêm ít nhất là một thuốc diệt cỏ. Ưu tiên là, tỷ lệ trộn lẫn của ít nhất là một thuốc diệt cỏ với chất an toàn là từ 100:1 đến 1:100, đặc biệt là từ 20:1 đến 1:20.

Theo một khía cạnh nữa, sáng chế đề xuất phương pháp bảo vệ cây trồng là cây hữu ích khỏi tác động có hại của thuốc diệt cỏ, trong đó phương pháp này bao gồm việc áp dụng cho nơi trồng cây hữu ích các hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế.

Vẫn theo một khía cạnh nữa, sáng chế đề xuất phương pháp diệt cỏ dại trong cây trồng là cây hữu ích, trong đó phương pháp này bao gồm việc xử lý cây hữu ích, hạt giống hoặc cành giâm của chúng hoặc nơi trồng cây hữu ích đồng thời hoặc ở các thời gian cách biệt với thuốc diệt cỏ và các hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế.

Phương pháp áp dụng bất kỳ lên cỏ dại/mùa vụ của cây trồng có ích, hoặc địa điểm của chúng, trong đó phương pháp này thường được sử dụng trong nông nghiệp có thể được sử dụng, ví dụ áp dụng bằng cách phun hoặc phương pháp gieo hạt bằng cách rải thường sau khi pha loãng thích hợp chế phẩm theo sáng chế.

Thuật ngữ "cây" khi được dùng ở đây bao gồm cây con, bụi cây và cây trưởng thành.

Thuật ngữ “địa điểm” như sử dụng ở đây bao gồm không chỉ diện tích nơi cỏ dại có thể đã phát triển, mà còn diện tích nơi cỏ dại chưa nảy mầm, và cả diện tích trồng trọt liên quan đến mùa vụ của cây có ích. Diện tích trồng trọt bao gồm đất trên đó cây trồng có ích đã phát triển và đất dự kiến để trồng trọt các cây trồng có ích này.

Mùa vụ của cây trồng có ích trong đó các chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng hoặc các phương pháp theo sáng chế được áp dụng bao gồm cây lâu năm, như cây ăn quả họ cam quýt, nho, quả hạch, cây cọ dầu, ô liu, cây ăn quả dạng táo, cây ăn quả có hạt và cao su, và cây trồng hàng năm, như ngũ cốc, ví dụ lúa mạch và lúa mì, bông, cây hạt cải dầu, ngô (bao gồm ngô ngọt), lúa, cây lúa miến, đậu tương, của cải đường, mía đường, hướng dương, cây trang trí và rau, đặc biệt là ngũ cốc và ngô.

Các chế phẩm và các phương pháp theo sáng chế cũng có thể được sử dụng trên sân cỏ, đồng cỏ, bãi chăn thả, mép đường v.v. Cụ thể là chúng có thể được sử dụng trên sân gôn, bãi cỏ, công viên, trường đấu thể thao, trường đua ngựa và tương tự.

Các cây được hiểu là cũng bao gồm các loại đã được truyền khả năng chịu thuốc diệt cỏ hoặc các loại thuốc diệt cỏ (chẳng hạn các chất ức chế ALS-, GS-, EPSPS-, PPO- và HPPD-) bằng các phương pháp gây giống thông thường hoặc bằng kỹ thuật di truyền. Ví dụ của cây đã được truyền khả năng chịu các imidazolinon, chẳng hạn imazamox, bằng các phương pháp gây giống thông thường là cải mùa hè Clearfield® (cải dầu). Các ví dụ của các cây đã được truyền khả năng chịu thuốc diệt cỏ bằng các phương pháp kỹ thuật di truyền bao gồm chẳng hạn như các giống ngô kháng glyphosat và glufosinat có trên thị trường dưới tên thương mại RoundupReady® và LibertyLink®.

Cây cũng được hiểu là những loại đã được truyền khả năng kháng các côn trùng gây hại bằng các phương pháp kỹ thuật di truyền, ví dụ như ngô Bt (kháng sâu đục thân ngô châu Âu), bông Bt (kháng một quả bông) và cả khoai tây Bt (kháng bọ cánh cứng Colorado). Các ví dụ của ngô Bt là các giống ngô lai Bt 176 của NK® (Syngenta Seeds). Các ví dụ của cây chuyển gen có chứa một hoặc nhiều gen mã hóa để kháng thuốc trừ sâu và biểu hiện một hoặc nhiều độc tố là KnockOut® (ngô), Yield Gard® (ngô), NuCOTIN33B® (bông), Bollgard® (bông), NewLeaf® (khoai tây), NatureGard® và Protexcta®. Cây cũng được hiểu là những loại đã được truyền khả năng kháng các côn trùng gây hại bằng các phương pháp kỹ thuật di truyền, ví dụ như ngô Bt (kháng sâu đục thân ngô châu Âu), bông Bt (kháng một quả bông) và cả khoai

tây Bt (kháng bọ cánh cứng Colorado). Các ví dụ của ngô Bt là các giống ngô lai Bt 176 NK® (Syngenta Seeds). Các ví dụ về cây chuyển gen chứa một hoặc nhiều gen được mã hóa để kháng côn trùng và biểu hiện một hoặc nhiều độc tố là KnockOut® (cây ngô), Yield Gard® (cây ngô), NuCOTIN33B® (cây bông), Bollgard® (cây bông), NewLeaf® (khoai tây), NatureGard® và Protexcta®. Cây trồng hoặc vật liệu hạt giống của nó có thể chịu được cả thuốc diệt cỏ và, đồng thời, làm thức ăn cho côn trùng ("tổ hợp" các đặc tính chuyển gen). Ví dụ, hạt giống có thể có khả năng biểu hiện protein Cry3 diệt côn trùng trong khi đồng thời chịu được glyphosat. Tiêu biểu là sự tăng sức phòng vệ của cây chống lại côn trùng, nhện, giun tròn và sên và ốc sên nhờ các độc tố hình thành trong cây, cụ thể là các độc tố hình thành trong cây nhờ vật liệu di truyền từ *Bacillus thuringiensis* (ví dụ như nhờ các gen CryIA(A1), CryIA(b), CryIA(c), CryIIA, CryIIIA, CryIIIB2, Cry9c, Cry2Ab, Cry3Bb và CryIF và cả các tổ hợp của chúng). Cũng tiêu biểu là sức phòng vệ của cây chống lại nấm, vi khuẩn và virus nhờ đề kháng tập nhiễm nội hấp (SAR), systemin, các chất kháng độc thực vật, các elicitor và các gen kháng và các protein và độc tố biểu hiện tương ứng.

Cây hoặc vật liệu nhân giống của chúng có thể có cả hai khả năng kháng thuốc diệt cỏ và đồng thời, chống côn trùng ăn (sự kiện chuyển gen "xếp chồng"). Ví dụ, hạt giống có thể có khả năng biểu hiện protein Cry3 diệt côn trùng trong khi đồng thời chịu được glyphosat.

Cây cũng được hiểu là những loại thu được bằng các phương pháp gây giống thông thường hoặc kỹ thuật di truyền và có cái gọi là đặc điểm đầu ra (ví dụ như cải thiện sự ổn định lưu trữ, giá trị dinh dưỡng cao hơn và cải thiện hương vị).

Cây và các giống cây trồng thu được bằng các phương pháp kỹ thuật di truyền, nếu thích hợp trong kết hợp với phương pháp thông thường, và các bộ phận của chúng, có thể được xử lý bằng các hợp chất dạng đa hình kết tinh và các chế phẩm theo sáng chế. Các giống cây trồng được hiểu là các cây có đặc tính mới ("đặc điểm") đã thu được bằng cách nhân giống thông thường, bởi đột biến hoặc bằng các kỹ thuật ADN tái tổ hợp. Chúng có thể là các giống cây, các kiểu gen hoặc kiểu sinh học. Tùy thuộc vào loài cây hoặc giống cây trồng, vị trí trồng của chúng và điều kiện phát triển (đất, khí hậu, thời kỳ sinh dưỡng, chế độ nuôi dưỡng), việc xử lý theo sáng chế cũng có thể cũng dẫn đến các tác dụng "hiệp trợ" siêu cộng tính. Vì vậy, ví dụ, giảm tỷ lệ ứng dụng và/hoặc mở rộng phổ hoạt động và/hoặc tăng hoạt tính của các chất và các hợp phần

có thể được sử dụng theo sáng chế, tăng trưởng cây tốt hơn, tăng khả năng chịu nhiệt độ cao hoặc thấp, tăng khả năng chịu hạn hoặc úng hoặc hàm lượng muối trong đất, tăng hiệu suất ra hoa, thu hoạch dễ dàng hơn, nhanh chín, sản lượng thu hoạch cao hơn, chất lượng cao hơn và/hoặc giá trị dinh dưỡng cao hơn của các sản phẩm thu hoạch, ổn định lưu trữ và/hoặc khả năng gia công tốt hơn của sản phẩm thu hoạch là có thể đạt được, vượt quá các kết quả thực sự được mong đợi. Cây chuyển gen hoặc giống cây trồng được ưu tiên (thu được bằng kỹ thuật di truyền) được xử lý theo sáng chế bao gồm tất cả các cây mà do các biến đổi di truyền, nhận được vật liệu di truyền trong đó đã được truyền các đặc điểm hữu ích, thuận lợi đặc biệt cho các cây này. Ví dụ về các đặc điểm như vậy là tăng trưởng cây tốt hơn, tăng khả năng chịu nhiệt độ cao hay thấp, tăng khả năng chịu hạn hoặc úng hoặc hàm lượng muối trong đất, tăng hiệu suất ra hoa, thu hoạch dễ dàng hơn, nhanh chín, sản lượng thu hoạch cao hơn, chất lượng cao hơn và/hoặc giá trị dinh dưỡng cao hơn của các sản phẩm thu hoạch, ổn định lưu trữ và/hoặc khả năng gia công tốt hơn của sản phẩm thu hoạch. Ví dụ khác về các đặc điểm như vậy là khả năng phòng vệ tốt hơn của cây chống các loài gây hại là động vật và vi sinh vật, chẳng hạn như chống lại côn trùng, bọ ve, nấm gây bệnh thực vật, vi khuẩn và/hoặc virus, và cũng tăng khả năng chịu đựng của các cây đối với một số hợp chất có hoạt tính diệt cỏ. Các ví dụ về cây chuyển gen có thể được đề cập đến là các cây trồng quan trọng, chẳng hạn như ngũ cốc (lúa mì, gạo), ngô, đậu tương, khoai tây, củ cải đường, cà chua, đậu Hà Lan và các loại rau khác, bông, thuốc lá, cải hạt dầu và cả các cây ăn quả (với các loại quả táo, lê, quả có múi và nho), và quan trọng đặc biệt là ngô, đậu tương, khoai tây, bông, thuốc lá và cải hạt dầu.

Thuật ngữ “cỏ dại” như sử dụng ở đây nghĩa là cây không mong muốn bất kỳ, và do đó bao gồm không chỉ cỏ dại nghiêm trọng trong nông nghiệp như được mô tả dưới đây mà bao gồm cả các cây mọc tự nhiên.

Các chế phẩm theo sáng chế là thích hợp đối với tất cả các phương pháp áp dụng thông thường trong nông nghiệp, như, ví dụ, áp dụng trước khi nảy mầm, áp dụng sau khi nảy mầm và bao hạt. Tùy thuộc vào mục đích sử dụng, hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế có thể được sử dụng để xử lý sơ bộ hạt giống cây trồng (tráng tẩm hạt giống hoặc canh giâm) hoặc có thể được đưa vào đất trước hoặc sau khi gieo. Tuy nhiên, nó cũng có thể được áp dụng độc lập hoặc cùng với một loại thuốc diệt cỏ trước hoặc sau khi nảy mầm của cây. Xử lý cây hoặc hạt giống với hợp chất

dạng đa hình kết tinh có thể do đó về nguyên tắc được thực hiện độc lập với thời gian ứng dụng thuốc diệt cỏ. Xử lý cây bằng ứng dụng đồng thời thuốc diệt cỏ và hợp chất dạng đa hình kết tinh (ví dụ như một hỗn hợp bề) là như một quy tắc được ưu tiên. Tỷ lệ áp dụng của hợp chất dạng đa hình kết tinh so với thuốc diệt cỏ sẽ được áp dụng chủ yếu phụ thuộc vào phương pháp sử dụng. Đối với xử lý trên cánh đồng, như một quy tắc từ 0,001 đến 5,0kg hợp chất dạng đa hình kết tinh/ha, ưu tiên là từ 0,01 đến 0,5kg hợp chất dạng đa hình kết tinh/ha và như một quy tắc nằm trong khoảng từ 0,005 đến 2kg thuốc diệt cỏ/ha, nhưng ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1kg/ha được áp dụng. Đối với xử lý hạt giống, nói chung, từ 0,001 đến 10g hợp chất dạng đa hình kết tinh/kg hạt, ưu tiên là từ 0,05 đến 2g hợp chất dạng đa hình kết tinh/kg hạt được áp dụng.

Các chế phẩm theo sáng chế (có chứa các hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế và ưu tiên là thuốc diệt cỏ) ưu tiên là được pha chế theo các cách khác nhau khi dùng các thành phần pha chế, ví dụ như các chất mang, dung môi và chất hoạt động bề mặt, ví dụ như, các chất được mô tả sau đây.

Các chế phẩm pha chế có thể ở các dạng vật lý khác nhau. Đối với các chế phẩm chứa các hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế nhưng không có thành phần có hoạt tính diệt cỏ, chúng có thể chẳng hạn như dưới dạng bột tạo bụi được, gel, bột thấm ướt được, hạt phân tán được trong nước, viên phân tán được trong nước, viên sủi bọt, hệ phân tán trong nước, hệ phân tán trong dầu, huyền phù-nhũ, huyền phù bao nang, huyền phù đặc, hạt nhũ hóa được, màng polyme tẩm hoặc dưới các dạng khác đã biết, chẳng hạn như từ the Manual on Development and Use of FAO Specifications for Plant Protection Products, xuất bản lần thứ 5, 1999. Trong trường hợp một hoặc nhiều thuốc diệt cỏ được kết hợp với hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế, chúng có thể có mặt trong trạng thái lỏng hoặc rắn: quy ước đặt tên có nghĩa là các chế phẩm như vậy sẽ được đặt tên theo cách biểu hiện thành phần có hoạt tính diệt cỏ và không theo hợp chất dạng đa hình kết tinh của chất an toàn của hợp chất I và vì vậy các kiểu chế phẩm khác cũng có khả năng chấp nhận. Chế phẩm pha chế này có thể ở dạng dịch đặc được pha loãng trước khi sử dụng, mặc dù các chế phẩm sử dụng ngay cũng có thể được làm. Chất pha loãng có thể được làm, ví dụ, với nước, phân bón lỏng, vi chất, cơ quan sinh học, dầu hoặc dung môi.

Các chế phẩm pha chế có thể được điều chế chẳng hạn bằng cách trộn hợp chất dạng đa hình kết tinh và thuốc diệt cỏ tùy chọn, với các thành phần pha chế nhằm thu được các chế phẩm dưới dạng các chất rắn phân tán mịn, các hạt hoặc hệ phân tán. Các hoạt chất cũng có thể được pha chế với các thành phần khác, ví dụ như các chất rắn phân tán mịn, các dầu khoáng, các dầu gốc thực vật hoặc động vật, các dầu biến tính gốc thực vật hoặc động vật, các dung môi hữu cơ, nước, chất hoạt động bề mặt hoặc các tổ hợp của chúng. Các thành phần hoạt tính còn có thể thu được ở dạng vi nang rất mịn chứa polyme. Vi nang thường có đường kính từ 0,1 đến 500micromet. Thông thường, chúng sẽ chứa các thành phần hoạt tính với lượng nằm trong khoảng từ 25 đến 95% theo khối lượng của khối lượng bao nang. Các hoạt chất có thể dưới dạng chất rắn nguyên khối hoặc dưới dạng các hạt mịn trong hệ phân tán rắn hoặc lỏng. Các màng kết nang bao gồm, ví dụ, cao su tự nhiên hoặc tổng hợp, xenluloza, styren/butadien copolyme, polyacrylonitril, polyacrylat, polyeste, polyamit, polyurê, polyuretan hoặc polyme biến đổi hóa học và xanthat hồ bột hoặc các polyme đã biết khác. Tùy ý, vi nang rất mịn có thể được tạo thành trong đó thành phần hoạt tính được chứa ở dạng hạt phân chia mịn trong ma trận rắn của chất nền, vi nang không tự kết nang.

Các thành phần pha chế thích hợp để điều chế các chế phẩm theo sáng chế tự thân chúng đã được biết. Như chất mang lỏng có thể được sử dụng: nước, toluen, xylen, ete dầu hỏa, dầu cây, axeton, metyl etyl keton, xyclohexanon, axit anhydrit, axetonitril, axetophenon, amyl axetat, 2-butanon, butylen carbonat, clobenzen, xyclohexan, xyclohexanol, alkyl este của axit axetic (ví dụ butyl axetat, etyl axetat, isoamyl axetat, amyl axetat), diaxeton alcohol, 1,2-diclopropan, dietanolamin, p-dietylbenzen, dietylen glycol, dietylen glycol abietat, dietylen glycol butyl ete, dietylen glycol etyl ete, dietylen glycol metyl ete, N,N-dimetylformamit, dimetyl sulfoxit, 1,4-dioxan, dipropylen glycol, dipropylen glycol metyl ete, dipropylen glycol dibenzoat, diproxitol, alkylpyrolidon, 2-etylhexanol, etylen carbonat, 1,1,1-tricloetan, 2-heptanon, alpha-pinen, d-limonen, etyl lactat, etylen glycol, etylen glycol butyl ete, etylen glycol metyl ete, gamma-butyrolacton, glyxerol, glyxerol axetat, glyxerol diaxetat, glyxerol triaxetat, hexadecan, hexylen glycol, isobornyl axetat, isooctan, isophoron, isopropylbenzen, isopropyl myristat, axit lactic, laurylamin, mesityl oxit, metoxypropanol, metyl isoamyl keton, metyl isobutyl keton, metyl laurat, metyl

octanoat, metyl oleat, metylen clorua, m-xylen, n-hexan, n-octylamin, axit octadecanoic, octylamin axetat, axit oleic, oleylamin, o-xylen, phenol, polyetylen glycol (PEG), axit propionic, propyl lactat, propylen carbonat, propylen glycol, propylen glycol metyl ete, p-xylen, toluen, trietyl phosphat, trietylen glycol, axit xylensulfonic, parafin, dầu khoáng, tricloetylen, percloetylen, metanol, etanol, isopropanol, và alcohol có khối lượng phân tử cao hơn, như amyl alcohol, tetrahydrofurfuryl alcohol, hexanol, octanol, N-metyl-2-pyrrolidon và chất tương tự. Nước thường là chất mang được chọn để pha loãng dịch đặc. Chất mang rắn thích hợp là, ví dụ, bột tan, titan dioxit, đất sét pyrophyllit, silic dioxit, đất sét atapulgít, đất tảo cát, đá vôi, canxi carbonat, bentonit, canxi montmorilonit, vỏ hạt bông, bột mỳ, bột đậu tương, đá bột, bột gỗ, vỏ quả óc chó nghiền, chất gỗ và các chất tương tự, như được mô tả, ví dụ, trong CFR 180.1001. (c) & (d).

Số lượng lớn chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng một cách có lợi trong các chế phẩm, đặc biệt là trong các chế phẩm được chỉ định để pha loãng với chất mang trước khi sử dụng. Chất hoạt động bề mặt có thể là anion, cation, không ion hoặc polyme và chúng có thể được sử dụng là chất nhũ hóa, chất thấm ướt hoặc chất tạo huyền phù hoặc cho các mục đích khác. Chất hoạt động bề mặt chính bao gồm, ví dụ, muối của alkyl sulfat, như dietanolamoni lauryl sulfat; muối của alkylarylsulfonat, như canxi dodexylbenzensulfonat; các sản phẩm bổ sung alkylphenol/alkylen oxit, như nonylphenol etoxylat; các sản phẩm bổ sung alcohol/alkylen oxit, như tridexylalcohol etoxylat; xà phòng, như natri stearat; muối của alkyl-naphthalensulfonat, như natri dibutyl-naphthalensulfonat; dialkyl este của muối sulfosuccinat, như natri di(2-ethylhexyl)sulfosuccinat; sorbitol este, như sorbitol oleat; amin bậc bốn, như lauryltrimetylamoni clorua, polyetylen glycol este của axit béo, như polyetylen glycol stearat; copolyme khối của etylen oxit và propylen oxit; và muối của mono- và di-alkylphosphat este; và còn các chất khác được mô tả ví dụ trong "McCutcheon's Detergents and Emulsifier Annual" MC Publishing Corp., Ridgewood New Jersey, 1981.

Các thành phần khác có thể thường được dùng trong các chế phẩm như vậy bao gồm các chất ức chế kết tinh, chất biến đổi độ nhớt, tác nhân tạo huyền phù, thuốc nhuộm, chất chống oxy hóa, tác nhân tạo bọt, chất hấp thụ ánh sáng, phụ gia trộn, chất chống tạo bọt, tác nhân tạo phức, chất trung hòa hoặc thay đổi pH và chất đệm, chất ức

chế ăn mòn, chất tạo mùi, tác nhân thấm ướt, chất tăng thấm, nguyên tố vi lượng, chất dẻo hóa, chất trượt, chất bôi trơn, tác nhân phân tán, chất làm đặc, chất chống đông lạnh, chất khử trùng, và cả các loại phân bón lỏng và rắn. Ví dụ của tá dược này là amoni sulphat.

Chế phẩm pha chế theo sáng chế có thể còn bao gồm chất phụ gia bao gồm dầu có nguồn gốc cây hoặc động vật, dầu khoáng, alkyl este của các dầu này hoặc hỗn hợp của các dầu này và dẫn xuất dầu. Lượng phụ gia dầu trong chế phẩm theo sáng chế thường từ 0,01 đến 10%, trên cơ sở hỗn hợp phun. Ví dụ, phụ gia dầu có thể được thêm vào bề phun ở nồng độ mong muốn sau khi hỗn hợp phun được điều chế. Phụ gia dầu được ưu tiên bao gồm dầu khoáng hoặc dầu có nguồn gốc cây, ví dụ dầu hạt cải, dầu ôliu hoặc dầu hướng dương, dầu cây nhũ hóa, như AMIGO® (Rhône-Poulenc Canada Inc.), alkyl este của dầu có nguồn gốc cây, ví dụ dẫn xuất methyl, hoặc dầu có nguồn gốc động vật, như dầu cá hoặc mỡ bò. Phụ gia được ưu tiên chứa, ví dụ, là thành phần hoạt tính chủ yếu 80% theo khối lượng alkyl este của dầu cá và 15% theo khối lượng dầu hạt cải methyl hóa, và còn 5% theo khối lượng chất nhũ hóa thông thường và chất biến đổi độ pH. Đặc biệt là phụ gia dầu được ưu tiên bao gồm alkyl este của C₈₋₂₂ axit béo, đặc biệt là dẫn xuất methyl của C₁₂₋₁₈ axit béo, ví dụ methyl este của axit lauric, axit palmitic và axit oleic, là quan trọng. Các este này được biết đến là methyl laurat (CAS-111-82-0), methyl palmitat (CAS-112-39-0) và methyl oleat (CAS-112-62-9). Dẫn xuất methyl este của axit béo được ưu tiên là Emery® 2230 và 2231 (Cognis GmbH). Các dẫn xuất dầu này và dẫn xuất dầu khác cũng được biết đến từ the Compendium of Herbicide Adjuvants, tái bản lần thứ 5, Southern Illinois University, 2000. Các tá dược được ưu tiên khác là Adigor® (Syngenta AG) là tá dược trên cơ sở dầu hạt cải được methyl hóa.

Ứng dụng và hoạt động của các dẫn xuất dầu có thể còn được cải thiện bằng cách kết hợp với chất hoạt động bề mặt, như chất hoạt động bề mặt không ion, anion hoặc cation. Các ví dụ của chất hoạt động bề mặt anion, không ion và cation thích hợp được liệt kê ở trang 7 và 8 của tài liệu công bố đơn sáng chế số WO97/34485. Chất hoạt động bề mặt được ưu tiên là chất hoạt động bề mặt anion của loại dodexylbenzylsulfonat, đặc biệt là muối canxi của chúng, và cả chất hoạt động bề mặt không ion của loại alcohol etoxylat béo. Ưu tiên đặc biệt được cho C₁₂₋₂₂ alcohol béo etoxyl hóa có mức etoxyl hóa từ 5 đến 40. Các ví dụ của chất hoạt động bề mặt bán

trên thị trường là loại Genapol (Clariant AG). Cũng được ưu tiên là chất hoạt động bề mặt silicon, đặc biệt là heptametyltriloxan biến đổi polyalkyl-oxit được bán trên thị trường ví dụ là Silwet L-77[®], và cả chất hoạt động bề mặt perfluorinated (chất bị flo hóa hữu cơ nhân tạo). Nồng độ của chất hoạt động bề mặt so với tổng chất phụ gia thường là từ 1 đến 30% theo khối lượng. Các ví dụ của chất phụ gia dầu chứa hỗn hợp dầu hoặc dầu khoáng hoặc dẫn xuất của chúng với chất hoạt động bề mặt là Edenor ME SU[®], Turbocharge[®] (Syngenta AG, CH) hoặc ActipronC (BP Oil UK Limited, GB).

Nếu muốn, còn có thể sử dụng chất hoạt động bề mặt được đề cập trong chế phẩm riêng nó, tức là không có chất phụ gia dầu.

Hơn nữa, việc thêm dung môi hữu cơ vào hỗn hợp chất phụ gia dầu/chất hoạt động bề mặt có thể góp phần làm tăng thêm hoạt tính. Dung môi thích hợp là, ví dụ, Solvesso[®] (ESSO) hoặc dung môi thơm[®] (Exxon Corporation). Nồng độ của dung môi này có thể từ 10 đến 80% theo khối lượng so với tổng khối lượng. Chất phụ gia dầu có mặt trong hỗn hợp với dung môi được mô tả, ví dụ, trong tài liệu đơn sáng chế số US-A-4,834,908. Chất phụ gia dầu bán trên thị trường được bộc lộ ở đây được biết đến bởi tên MERGE[®] (BASF Corporation). Chất phụ gia dầu khác được ưu tiên theo sáng chế là SCORE[®] (Syngenta Crop Protection Canada).

Ngoài chất phụ gia dầu liệt kê ở trên, nhằm làm tăng hoạt tính của các chế phẩm theo sáng chế có thể thêm các chế phẩm của alkylpyrrolidon (ví dụ Agrimax[®]) vào hỗn hợp phun. Chế phẩm có mạng mắt cáo tổng hợp, ví dụ polyacrylamit, polyvinyl các hợp chất hoặc poly-1-p-menthen (ví dụ Bond[®], Courier[®] hoặc Emerald[®]) cũng có thể được sử dụng. Dung dịch còn có thể chứa axit propionic, ví dụ Eurogkem Pen-e-trate[®], để thêm vào hỗn hợp phun làm chất tăng hoạt tính.

Các chế phẩm pha chế theo sáng chế nói chung chứa từ 0,1 đến 99% theo khối lượng, đặc biệt là từ 0,1 đến 95% theo khối lượng, của hợp chất dạng đa hình kết tinh và thuốc diệt cỏ và từ 1 đến 99,9% theo khối lượng của tá dược pha chế mà ưu tiên là chứa từ 0 đến 25% theo khối lượng của chất hoạt động bề mặt. Trong khi các sản phẩm bán trên thị trường sẽ tốt hơn là được pha chế là dịch đặc, người sử dụng cuối cùng sẽ thường sử dụng các chế phẩm pha loãng.

Các phương pháp và kỹ thuật khác nhau là thích hợp cho việc dùng các hợp chất dạng đa hình kết tinh hoặc các hợp phần có chứa chúng để bảo vệ cây trồng khỏi các tác động có hại của thuốc diệt cỏ, ví dụ như, các phương pháp sau:

i) Bao hạt

Bao hạt bằng hợp chất dạng đa hình kết tinh được pha chế dưới dạng bột thấm ướt được bằng cách lắc trong bình cho đến khi đạt được phân bố đồng đều trên bề mặt hạt (bao khô). Khoảng 1 đến 500g hợp chất dạng đa hình kết tinh (4g đến 2kg bột thấm ướt được) cho 100kg hạt được sử dụng trong trường hợp này.

Bao hạt hoặc xử lý hạt nảy mầm đương nhiên là các phương pháp áp dụng được ưu tiên, vì xử lý với hợp chất dạng đa hình kết tinh là hoàn toàn trực tiếp vào cây trồng đích. Như một quy tắc, từ 1 đến 1000g hợp chất dạng đa hình kết tinh, ưu tiên là từ 5 đến 250g hợp chất dạng đa hình kết tinh được dùng cho 100kg hạt, có thể sai lệch cao hoặc thấp hơn nồng độ giới hạn đã quy định (bao lặp lại), tùy thuộc vào các phương pháp, cũng có thể được phép thêm các hoạt chất khác hoặc các nguyên tố vi lượng.

ii) Áp dụng là hỗn hợp trộn trong bể

Hỗn hợp chế biến lỏng của hợp chất dạng đa hình kết tinh và thuốc diệt cỏ (tỷ lệ tương hỗ của các lượng là giữa 10:1 và 1:100) được sử dụng, tỷ lệ áp dụng của thuốc diệt cỏ là từ 0,005 đến 5,0kg cho mỗi hecta. Hỗn hợp trộn trong bể này được áp dụng trước hoặc sau khi gieo hạt.

iii) Áp dụng trong luống hạt

Hợp chất dạng đa hình kết tinh được đưa vào rãnh hạt gieo để hử dưới dạng bột thấm ướt được hoặc hạt. Sau khi luống hạt được che, thuốc diệt cỏ được áp dụng bằng phương pháp trước nảy mầm trong phương pháp thông thường.

iv) Giải phóng có kiểm soát hợp chất dạng đa hình kết tinh

Hợp chất dạng đa hình kết tinh được hấp thu trong dung dịch lên các hạt chất mang khoáng hoặc các hạt polyme hóa (ure/formaldehyt) và làm khô. Lớp bao cho phép hợp chất dạng đa hình kết tinh được giải phóng sau một khoảng thời gian nhất định có thể tùy ý được áp dụng (các hạt bao).

Cụ thể là, chế phẩm được ưu tiên có thành phần sau đây (% = phần trăm theo khối lượng; hỗn hợp có hoạt tính của các hoạt chất có nghĩa là hỗn hợp của hợp chất có công thức I với thuốc diệt cỏ):

Bụi

Hỗn hợp hoạt tính của các hợp chất có hoạt tính: từ 0,1 đến 10%, tốt hơn là từ 0,1 đến 5%

Chất mang rắn: từ 99,9% đến 90%, tốt hơn là từ 99,9 đến 99%

Huyền phù đặc

Hỗn hợp hoạt tính của các hợp chất có hoạt tính: từ 5 đến 75%, tốt hơn là từ 10 đến 50%

Nước: từ 94 đến 24%, tốt hơn là từ 88 đến 30%

Chất hoạt động bề mặt: từ 1 đến 40%, tốt hơn là từ 2 đến 30%

Bột thấm ướt được

Hỗn hợp hoạt tính của các hợp chất có hoạt tính: từ 0,5 đến 90%, tốt hơn là từ 1 đến 80%

Chất hoạt động bề mặt: từ 0,5 đến 20%, tốt hơn là từ 10 đến 15%

Chất mang rắn: từ 5 đến 95%, tốt hơn là từ 15 đến 90%

Hạt

Hỗn hợp hoạt tính của các hợp chất có hoạt tính: từ 0,1 đến 30%, tốt hơn là từ 0,1 đến 15%

Chất mang rắn: từ 99,5 đến 70%, tốt hơn là từ 97 đến 85%

Các ví dụ pha chế đối với các hỗn hợp của hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế với thuốc diệt cỏ (% = % theo khối lượng; EO = etylen oxit)

Chế phẩm 1. Bột thấm ướt được	a)	b)	c)	d)
hỗn hợp hợp chất có hoạt tính	5%	25%	50%	80%
natri lignosulfonat	4%	-	3%	-
natri lauryl sulphat	2%	3%	-	4%
natri diisobutylnaphthalen-sulfonat	-	6%	5%	6%
octylphenol polyglycol ete (7-8 mol EO)	-	1%	2%	-
axit silixic phân tán cao	1%	3%	5%	10%
cao lanh	88%	62%	35%	-

Hỗn hợp hợp chất có hoạt tính được trộn đều với tá dược và hỗn hợp thu được được nghiền mịn trong máy nghiền thích hợp, tạo ra bột thấm ướt được có thể được pha loãng với nước để tạo thành huyền phù ở nồng độ mong muốn bất kỳ.

Chế phẩm 2. Các hạt bao	a)	b)	c)
hỗn hợp hợp chất có hoạt tính	0,1%	5%	15%
axit silixic phân tán cao	0,9%	2%	2%
chất mang vô cơ (đường kính từ 0,1-1mm)	99,0%	93%	83%
ví dụ CaCO_3 hoặc SiO_2			

Hỗn hợp hợp chất có hoạt tính được hòa tan trong metylen clorua và được áp dụng cho chất mang bằng cách phun, và dung môi sau đó được làm bay hơi trong chân không.

Chế phẩm 3. Các hạt bao	a)	b)	c)
hỗn hợp hợp chất có hoạt tính	0,1%	5%	15%
polyetylen glycol MW 200	1,0%	2%	3%
axit silixic phân tán cao	0,9%	1%	2%
chất mang vô cơ (đường kính 0,1-1mm)	98,0%	92%	80%
ví dụ CaCO_3 hoặc SiO_2			

Hỗn hợp hợp chất có hoạt tính nghiền mịn được áp dụng đồng đều, trong máy trộn, lên chất mang được làm ẩm với polyetylen glycol. Hạt không bụi được bao được thu theo cách này.

Chế phẩm 4. Các hạt đùn	a)	b)	c)	d)
hỗn hợp hợp chất có hoạt tính	0,1%	3%	5%	15%
natri lignosulfonat	1,5%	2%	3%	4%
carboxymetylxenluloza	1,4%	2%	2%	2%
kaolin	97,0%	93%	90%	79%

Hỗn hợp hợp chất hoạt tính được trộn và nghiền với tá dược, và hỗn hợp được làm ẩm với nước. Hỗn hợp được đùn và sau đó làm khô trong dòng khí.

Chế phẩm 5. Bụi	a)	b)	c)
hỗn hợp hợp chất hoạt tính	0,1%	1%	5%
bột tan	39,9%	49%	35%
kaolin	60,0%	50%	60%

Bụi sử dụng ngay thu được bằng cách trộn hỗn hợp hợp chất hoạt tính với chất mang và nghiền hỗn hợp trong máy nghiền thích hợp.

Chế phẩm 6. Huyền phù đặc	a)	b)	c)	d)
hỗn hợp hợp chất có hoạt tính	3%	10%	25%	50%
etylen glycol	5%	5%	5%	5%
nonylphenol polyglycol ete (15mol EO)	-	1%	2%	-
natri lignosulfonat	3%	3%	4%	5%
carboxymetylxenluloza	1%	1%	1%	1%
dung dịch nước formaldehyt 37%	0,2 %	0,2%	0,2%	0,2%
nhũ tương dầu silicon	0,8%	0,8%	0,8%	0,8 %
nước	87%	79%	62%	38%

Hỗn hợp hợp chất có hoạt tính nghiền mịn được trộn kỹ với tá dược, tạo ra dịch đặc huyền phù từ huyền phù có nồng độ mong muốn bất kỳ có thể thu được bằng cách pha loãng với nước.

Trong thực tế thường pha chế hợp chất dạng đa hình kết tinh và thuốc diệt cỏ riêng biệt và sau đó đưa chúng vào nhau dưới dạng ‘hỗn hợp bẻ’ trong nước trong thiết bị áp dụng theo tỷ lệ trộn lẫn mong muốn ngay trước khi áp dụng.

Các chế phẩm và chế phẩm pha chế theo sáng chế cũng có thể được sử dụng kết hợp với các thành phần hoạt tính khác, chẳng hạn như các thuốc diệt cỏ khác, và/hoặc thuốc diệt côn trùng, và/hoặc thuốc diệt ve bét, và/hoặc thuốc diệt giun tròn, và/hoặc thuốc diệt động vật thân mềm, và/hoặc thuốc diệt nấm, và/hoặc chất điều chỉnh tăng trưởng cây trồng. Các hỗn hợp này, và sử dụng các hỗn hợp này để kiểm soát sự phát triển của cỏ dại và/hoặc cây không mong muốn khỏi các khía cạnh khác theo sáng chế.

Trong trường hợp hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế dạng 2, được kết hợp với ít nhất một thuốc diệt cỏ, các thuốc diệt cỏ sau được ưu tiên đặc biệt: axetoclo, axiflorfen, axiflorfen-natri, aclonifen, acrolein, alaclo, alloxydim, allyl alcohol, ametryn, amicarbazon, amidosulfuron, aminoxyclopyraclo, aminopyralid, amitrol, amoni sulfamat, anilofos, asulam, atrazin, aviglyxin, azafenidin, azimsulfuron, BCPC, beflubutomit, benazolin, bencarbazon, benfluralin, benfuresat, bensulfuron, bensulfuron-metyl, bensulit, bentazon, benzfendizon, benzobixyclon, benzofenap, bixyclopyron, bifenox, bilanafos, bispyribac, bispyribac-natri, borax, bromaxil,

bromobutit, bromophenoxim, bromoxynil, butaclo, butafenaxil, butamifos, butralin, butroxydim, butylat, axit cacodylic, canxi cloat, cafenstrol, carbetamit, carfentrazon, carfentrazon-etyl, CDEA, CEPC, cloflurenol, cloflurenol-metyl, cloidazon, cloimuron, cloimuron-etyl, axit cloaxetic, clotoluron, clopropham, closulfuron, clothal, clothal-dimetyl, xinidon-etyl, xinmetylin, xinosulfuron, xisanilit, clethodim, clodinafop, clodinafop-propargyl, clomazon, clomeprop, clopyralit, cloransulam, cloransulam-metyl, CMA, 4-CPB, CPMF, 4-CPP, CPPC, cresol, cumyluron, xyanamit, xyanazin, xycloat, xyclosulfamuron, xycloxydim, xyhalofop, xyhalofop-butyl, 2,4-D, 3,4-DA, daimuron, dalapon, dazomet, 2,4-DB, 3,4-DB, 2,4-DEB, desmedipham, desmetryn, dicamba, diclobenil, ortho-diclobenzen, para-diclobenzen, dicloprop, dicloprop-P, diclofop, diclofop-metyl, diclosulam, difenzoquat, difenzoquat metilsulfat, diflufenican, diflufenzopyr, dimefuron, dimepiperat, dimethaclo, dimethametryn, dimethenamit, dimethenamit-P, dimethipin, axit dimetyllarsinic, dinitramin, dinoterb, diphenamit, dipropetryn, diquat, diquat dibromua, dithiopyr, diuron, DNOC, 3,4-DP, DSMA, EBEP, endothal, EPTC, esprocarb, etalfluralin, etametsulfuron, etametsulfuron-metyl, ethephon, ethofumesat, etoxyfen, etoxysulfuron, etobenzanid, fenoxaprop, fenoxaprop-P, fenoxaprop-etyl, fenoxaprop-P-etyl, fenoxasulfon, fentrazamit, s  t (II) sulfat, flamprop-M, flazasulfuron, florasulam, fluazifop, fluazifop-butyl, fluazifop-P, fluazifop-P-butyl, fluazolat, flucarbazon, flucarbazon-natri, flucetosulfuron, flucloalin, flufenaxet, flufenpyr, flufenpyr-etyl, flumetralin, flumetsulam, flumiclorac, flumiclorac-pentyl, flumioxazin, flumipropin, flometuron, floroglycofen, floroglycofen-etyl, floxaprop, flupoxam, flupropaxil, flupropanat, flupyrsulfuron, flupyrsulfuron-metyl-natri, flurenol, fluridon, flurocloidon, fluroxypyr, flurtamon, fluthiaxet, fluthiaxet-metyl, fomesafen, foramsulfuron, fosamin, glufosinat, glufosinat-amoni, glyphosat, halosulfuron, halosulfuron-metyl, haloxyfop, haloxyfop-P, HC-252, hexazinon, imazametabenz, imazametabenz-metyl, imazamox, imazapic, imazapyr, imazaquin, imazetapyr, imazosulfuron, indanofan, indaziflam, iodometan, iodosulfuron, iodosulfuron-metyl-natri, ioxynil, ipfencarbazon, isoproturon, isouron, isoxaben, isoxaclotol, isoxaflutol, isoxapyrifop, karbutilat, lactofen, lenaxil, linuron, MAA, MAMA, MCPA, MCPA-thioetyl, MCPB, mecoprop, mecoprop-P, mefenaxet, mefluidit, mesosulfuron, mesosulfuron-metyl, mesotrion, metam, metamifop, metamitron, metazaclo, metazosulfuron, metabenzthiazuron, metazol, axit

metylarsonic, metyldymron, metyl isothioxyanat, metobenzuron, metobromuron, metolaclo, S-metolaclo, metosulam, metoxuron, metribuzin, metsulfuron, metsulfuron-metyl, MK-616, molinat, monolinuron, monosulfuron, monosulfuron-este, MSMA, naproanilit, napropamit, naptalam, NDA-402989, neburon, nicosulfuron, nipyraclufen, n-metyl glyphosat, axit nonanoic, norflurazon, axit oleic (các axit béo), orbencarb, orthosulfamuron, oryzalin, oxadiargyl, oxadiazon, oxasulfuron, oxaziclomefon, oxyflorfen, paraquat, paraquat diclorua, pebulat, pendimetalin, penoxsulam, pentaclophenol, pentanoclo, pentoxazon, pethoxamit, dầu mỏ, phenmedipham, phenmedipham-etyl, picloram, picolinafen, pinoxaden, piperophos, kali arsenit, kali azit, pretilaclo, primisulfuron, primisulfuron-metyl, prodiamin, profluazol, profoxydim, prohexadion-canxi, prometon, prometryn, propaclo, propanil, propaquizafop, propazin, propham, propisoclo, propoxycarbazon, propoxycarbazon-natri, propyzamit, prosulfocarb, prosulfuron, pyraclo-nil, pyraflufen, pyraflufen-etyl, pyrasulfotol, pyrazolynat, pyrazosulfuron, pyrazosulfuron-etyl, pyrazoxyfen, pyribenzoxim, pyributicarb, pyridafol, pyridat, pyriftalid, pyriminobac, pyriminobac-metyl, pyrimisulfan, pyri-thiobac, pyri-thiobac-natri, pyroxasulfon, pyroxulam, quinclorac, quinmerac, quinclamin, quizalofop, quizalofop-P, quizalofop-etyl, quizalofop-P-etyl, rimsulfuron, saflufenaxil, setoxydim, siduron, simazin, simetryn, SMA, natri arsenit, natri azit, natri clorat, sulcotrion, sulfentrazon, sulfometuron, sulfometuron-metyl, sulfosat, sulfosulfuron, axit sulfuric, nhựa đường, 2,3,6-TBA, TCA, TCA-natri, tebutam, tebuthiuron, tefuryltrion, tembotrion, tepraloxymid, terbaxil, terbumeton, terbuthylazin, terbutryn, thenylclo, thiazafluron, thiazopyr, thifensulfuron, thiencarbazon, thifensulfuron-metyl, thiobencarb, tiocarbazil, topramezon, tralkoxydim, triafamon, tri-allat, triasulfuron, triaziflam, tribenuron, tribenuron-metyl, tricamba, triclopyr, trietazin, trifloxysulfuron, trifloxysulfuron-natri, trifluralin, triflusulfuron, triflusulfuron-metyl, trifop, trifop-metyl, trihydroxytriazin, trinexapac-etyl, tritosulfuron, axit etyl este [3-[2-clo-4-floro-5-(1-metyl-6-triflorometyl-2,4-dioxo-1,2,3,4-tetrahydropyrimidin-3-yl)phenoxy]-2-pyridyloxy]axetic (CAS RN 353292-31-6), axit 4-amino-3-clo-6-(4-clo-2-floro-3-metoxyphe-nyl)-2-pyridinecarboxylic (CAS RN 943832-60-8) và 4-hydroxy-3-[[2-(3-metoxyp-ropyl)-6-(diflorometyl)-3-pyridinyl]cacbonyl]-bixyclo[3.2.1]oct-3-en-2-on.

Các tổ hợp được ưu tiên đặc biệt là hợp chất dạng đa hình kết tinh dạng 2 và ametryn, atrazin, bixyclopyron, xinosulfuron, clodinafop-propargyl, clomazon, dicamba, dimetaclo, diquat, fluazifop-p-butyl, fomesafen, glyphosat, mesotrion, molinat, napropamit, S-metolaclo, nicosulfuron, paraquat, pinoxaden, pretilaclo, primisulfuron, prometryn, prosulfocarb, prosulfuron, pyridat, pyriftalid, tralkoxydim, triasulfuron và trifloxysulfuron-natri.

Trong khi các hợp phần có chứa hợp chất dạng đa hình kết tinh theo sáng chế và thuốc diệt cỏ khác được bộc lộ rõ ràng ở trên, người có kỹ năng sẽ hiểu rằng sáng chế sẽ mở rộng theo ba chiều, và nhiều tổ hợp khác sẽ bao hàm trong các hỗn hợp hai chiều kể trên.

Để tránh sự nghi ngờ, ngay cả khi không quy định rõ ràng ở trên, các thành phần pha trộn cũng có thể là dưới dạng các este hoặc muối chấp nhận được cho nông hóa thích hợp bất kỳ, như được kể đến, chẳng hạn trong The Pesticide Manual, xuất bản lần thứ mười ba, British Crop Protection Council, 2003.

Các khía cạnh và phương án khác nhau theo sáng chế giờ đây sẽ được minh họa chi tiết hơn bằng các ví dụ và hình vẽ sau, trong đó:

Fig.1 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột của các hợp chất dạng đa hình kết tinh của N-(2-metoxybenzoyl)-4-[(metylaminocacbonyl)amino] benzensulfonamit được gọi là dạng 1, dạng 2 và dạng 3, trong đó các vạch nhiễu xạ của dạng 2 và 3 là vạch dự đoán được từ cấu trúc đơn tinh thể và vạch của dạng 1 thu được qua phân tích nhiễu xạ tia X của bột.

Fig.2 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 2, (b) dạng 3 và (c) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 2 ngày.

Fig.3 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 1, (b) dạng 2, (c) dạng 3 và (d) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 2 ngày (e) bột nhão ở 60°C được phân tích sau 2 ngày.

Fig.4 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 2, (b) bột nhão ở 60°C được phân tích sau 8 ngày và (c) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 8 ngày 50°C.

Fig.5 thể hiện hình mẫu nhiễu xạ tia X của các bột của (a) dạng 2 (b) dạng 3, (c) bột nhão ở 60°C được phân tích sau 8 ngày và (d) bột nhão ở 50°C được phân tích sau 8 ngày.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1. Điều chế các hợp chất dạng đa hình kết tinh

Hợp chất có công thức (I) được điều chế như được mô tả trong tài liệu đơn sáng chế số US 5,215,570.

1a Điều chế hợp chất dạng đa hình kết tinh 1

Hợp chất có công thức (1) được điều chế như được mô tả trong tài liệu đơn sáng chế số US 5,215,507, được cho vào nước đá và sản phẩm kết tủa được tách ra và làm khô, thu được dạng đa hình 1.

1b. Điều chế hợp chất dạng đa hình kết tinh 2

55ml axeton được thêm vào 4,6g hợp chất dạng đa hình kết tinh 1 và đun hồi lưu (56°C). 3ml nước được thêm vào để tạo thành dung dịch màu vàng nhạt, dung dịch này được làm nguội dần. Tinh thể thu được được tách riêng bằng lọc và làm khô. Phân tích DSC đã xác nhận sự có mặt của hợp chất dạng đa hình kết tinh 2 với điểm nóng chảy là 215°C.

1c. Chuyển hóa bột nhão kết hạt dạng 1 thành dạng 2

300g của hợp chất dạng đa hình kết tinh 1 được khuấy với 1500g 30% nước/axeton và gia nhiệt đến 60°C. Bột nhão được kết hạt với 3g của hợp chất dạng đa hình kết tinh 2. Chuyển hóa dạng 1 thành dạng 2 được giám sát bằng DSC – sau 1 giờ, dạng 1 không được phát hiện bởi DSC. Các tinh thể được thu lại bằng lọc dưới áp suất thấp ở 60°C, hút khô trên phễu lọc và sau đó làm khô đến khối lượng không đổi trong lò chân không ở 40°C. Làm khô trong lò 4 giờ và 200g hợp chất dạng đa hình kết tinh 2 được tạo ra với độ tinh khiết 97% (khi đánh giá bằng DSC).

1d. Điều chế các tinh thể của hợp chất dạng đa hình kết tinh 2 để phân tích đơn tinh thể

0,5g của hợp chất dạng đa hình kết tinh 2 và 2g của 50% etyl axetat/axetonitril được trộn lẫn. Giữ dung dịch thu được trong 120 ngày. Trong thời gian này, mức dung môi thấp xuống và tinh thể trở nên nhìn thấy được. Nắp được lấy khỏi bình và dung môi còn lại được để bay hơi trước khi tinh thể được thu lại và phân tích.

1e. Điều chế hợp chất dạng đa hình kết tinh 3

0,2g của hợp chất dạng đa hình kết tinh 1 được hòa tan trong 15 đến 20ml axeton ở 45°C. Nước được cho vào để cho hợp phần nước/axeton có 25% nước. Kết tủa sinh ra được khuấy ở 45°C. Các mẫu được lấy sau 30 phút thể hiện sự có mặt của hợp chất dạng đa hình kết tinh 1. Các mẫu được lấy sau 5, 7 và 20 ngày thể hiện sự có mặt của hợp chất dạng đa hình kết tinh 3.

2. Phân tích các hợp chất dạng đa hình kết tinh

Sau khi điều chế bằng các phương pháp mô tả chi tiết trên, các mẫu được đưa phân tích bằng nhiễu xạ tia X của bột và/hoặc nhiễu xạ tia X đơn tinh thể và/hoặc phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC).

Phân tích nhiễu xạ tia X của bột của vật liệu rắn được tiến hành khi dùng nhiễu xạ kế bột Braker D8. Các mẫu được đặt trong giá mẫu Perspex và các mẫu này được ép dẹt. Giá mẫu được quay và tia X được nhận từ góc 2-theta 4° đến 34°, với thời gian quét 25 đến 30 phút tùy thuộc vào cường độ hình mẫu.

Dữ liệu cường độ đơn tinh thể được thu trên nhiễu xạ kế Oxford Xcalibar PX Ultra khi dùng bức xạ Cu K α ($\lambda=1,54056$ Å) với bộ đơn sắc graphit. Tinh thể được giữ trong dầu NVH ở nhiệt độ phòng để thu dữ liệu. Dữ liệu được xử lý khi dùng gói phần mềm CRYSTALS.

DSC được tiến hành khi dùng Mettler Toledo DSC 820 pr DSC1. Nạp mẫu khoảng 5mg được sử dụng và mẫu được gia nhiệt từ 25°C đến 250°C ở tốc độ 10°C/phút trên DSC820 hoặc từ 40°C đến 250°C ở tốc độ 10°C/phút trên DSC1. Nắp nồi DSC được đục lỗ để cho phép thoát ra khí bất kỳ hình thành trong quá trình gia nhiệt mẫu.

3. Tính ổn định của các hợp chất dạng đa hình kết tinh

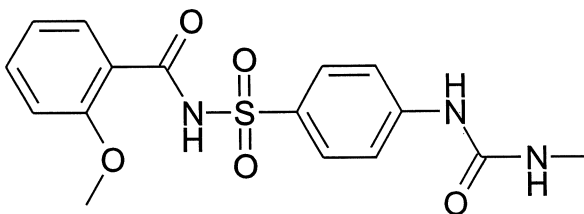
Khoảng 0,1g của mỗi dạng 1, dạng 2 và dạng 3 được thêm vào 10ml etanol ở 50°C và 60°C cho đến khi có chất rắn thoát khỏi dung dịch (bột nhão). Nhiệt độ được duy trì có khuấy và dạng kết tinh được xem xét sau 2 và 8 ngày.

Ở 50°C và 60°C sau 2 ngày, dạng 2 và dạng 3 vẫn hiện diện như thấy trên Fig.1. Không có dấu hiệu của dạng 1.

Bột nhão khác trong 8 ngày thể hiện chuyển hóa toàn bộ thành dạng 2 ở cả hai nhiệt độ, xem Fig.3.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất N-(2-metoxybenzoyl)-4-[(metylaminocarbonyl)amino] benzensulfonamid dạng đa hình kết tinh có công thức I,



(I)

trong đó, hợp chất dạng đa hình kết tinh này được đặc trưng bởi hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột được biểu hiện dưới dạng các góc 2θ , trong đó hình mẫu nhiễu xạ tia X của bột bao gồm:

- (a) ít nhất là một giá trị góc 2θ ở $9,0 \pm 0,2$;
 - (b) một giá trị góc 2θ ở $21,7 \pm 0,2$; và
 - (c) ít nhất là ba giá trị góc 2θ được chọn từ nhóm bao gồm $7,7 \pm 0,2$, $11,9 \pm 0,2$, $13,4 \pm 0,2$, $15,0 \pm 0,2$, $15,6 \pm 0,2$, $16,1 \pm 0,2$ và $18,0 \pm 0,2$.
2. Hợp chất dạng đa hình kết tinh theo điểm 1, trong đó hợp chất này có điểm nóng chảy là $216^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.
3. Hợp chất dạng đa hình kết tinh theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó hợp chất này có các thông số mạng lưới sau: $a=19,38(5)$, $b=7,34(5)$, $c=22,95(5)$, $\alpha = 90,00$, $\beta = 90,00$, $\gamma = 90,00$ và thể tích = $3264,8(5) \text{ \AA}^3$.
4. Chế phẩm nông nghiệp có chứa hợp chất dạng đa hình kết tinh như được bảo hộ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3 và ít nhất là một chất mang hoặc chất pha loãng chấp nhận được cho nông nghiệp.
5. Chế phẩm theo điểm 4, trong đó chế phẩm này bao gồm thêm ít nhất là một thuốc diệt cỏ.
6. Phương pháp bảo vệ cây trồng là cây hữu ích khỏi tác động có hại của thuốc diệt cỏ, trong đó phương pháp này bao gồm việc áp dụng cho nơi trồng cây hữu ích

hợp chất dạng đa hình kết tinh như được bảo hộ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3 hoặc chế phẩm theo điểm 4 hoặc điểm 5.

7. Phương pháp diệt cỏ dại tại nơi trồng cây hữu ích, trong đó phương pháp này bao gồm việc xử lý cây hữu ích, hạt giống hoặc cành giâm của chúng hoặc nơi trồng cây hữu ích đồng thời hoặc ở các thời gian cách biệt bằng thuốc diệt cỏ và hợp chất dạng đa hình kết tinh như được bảo hộ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3.

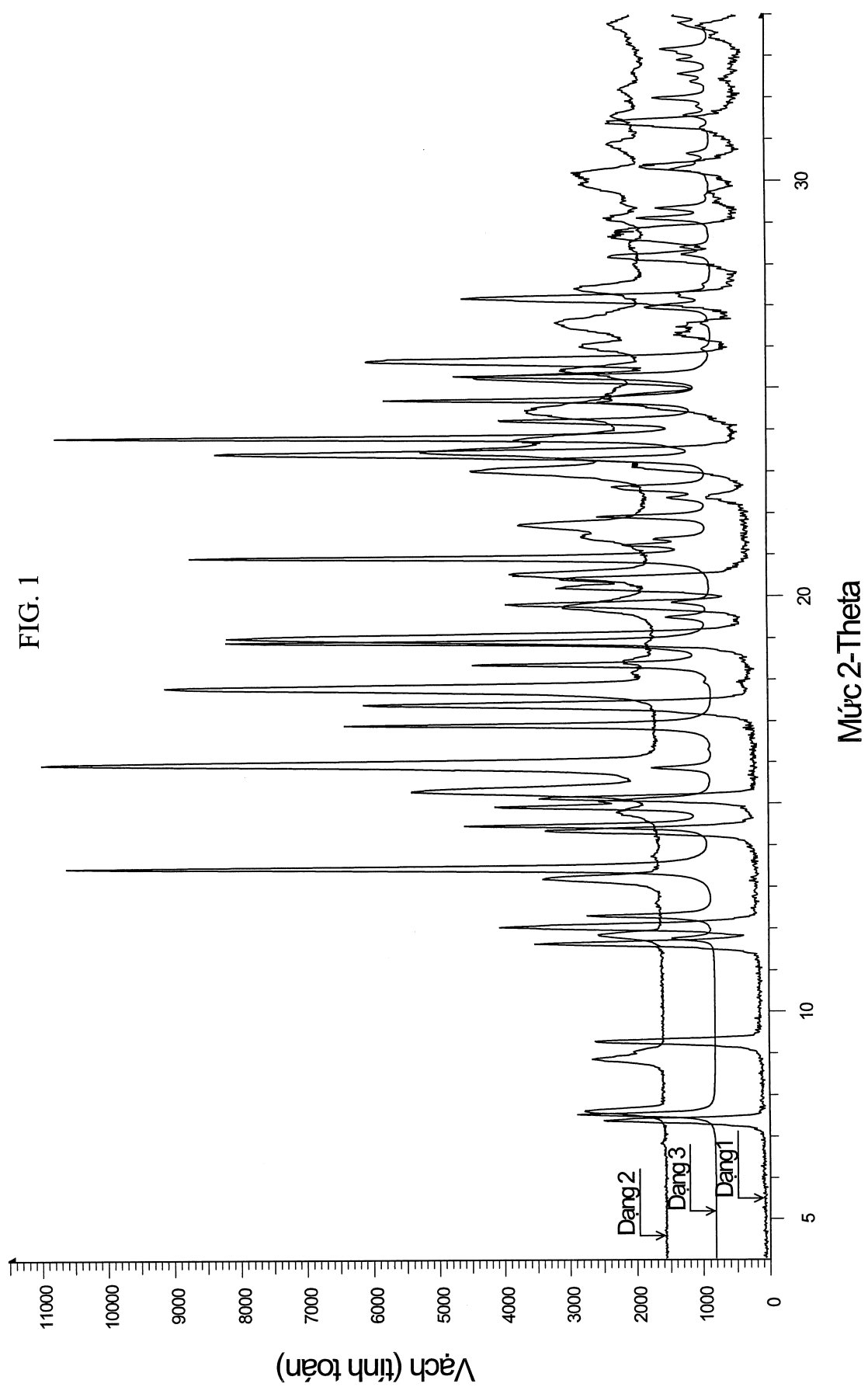


FIG. 2

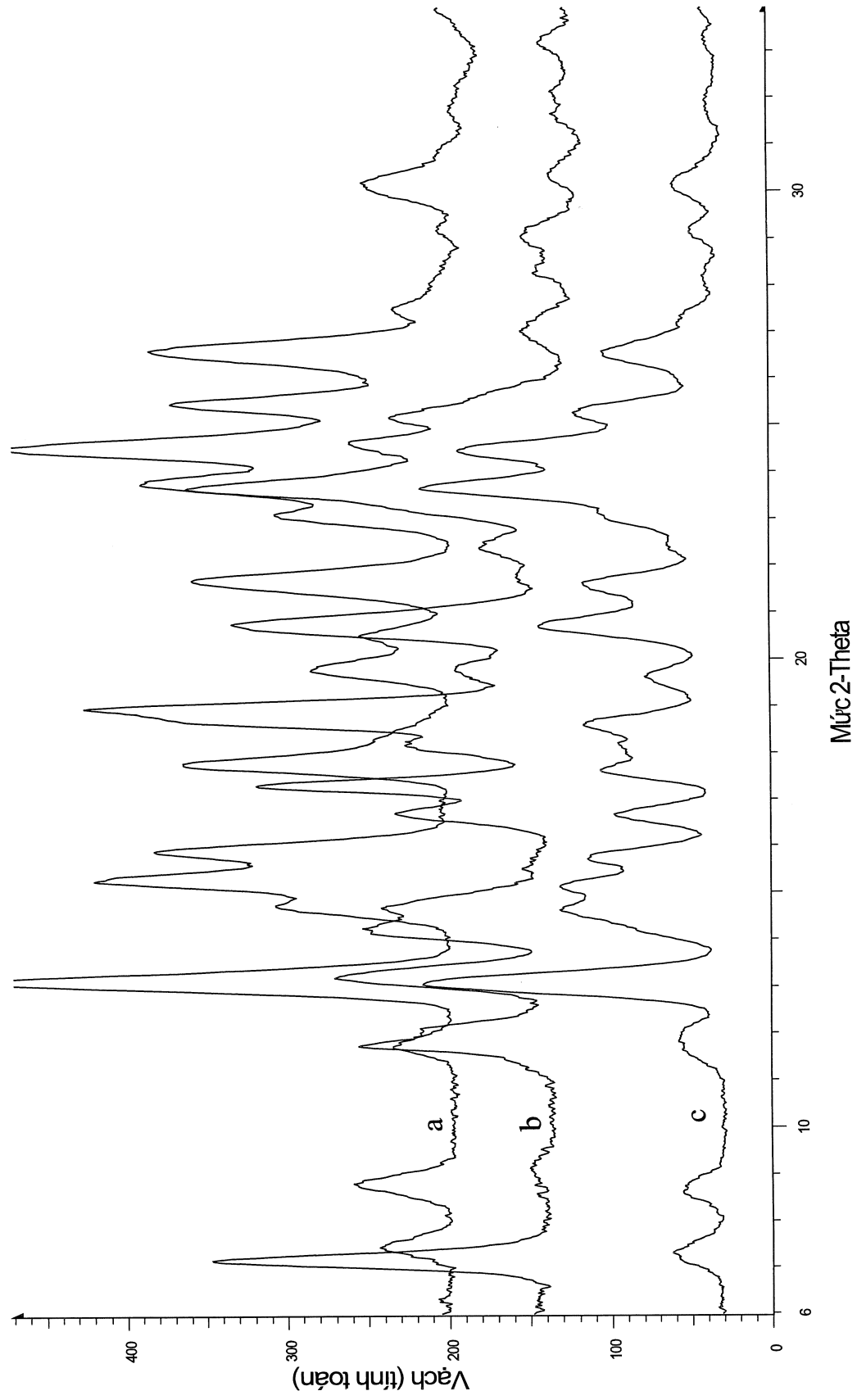
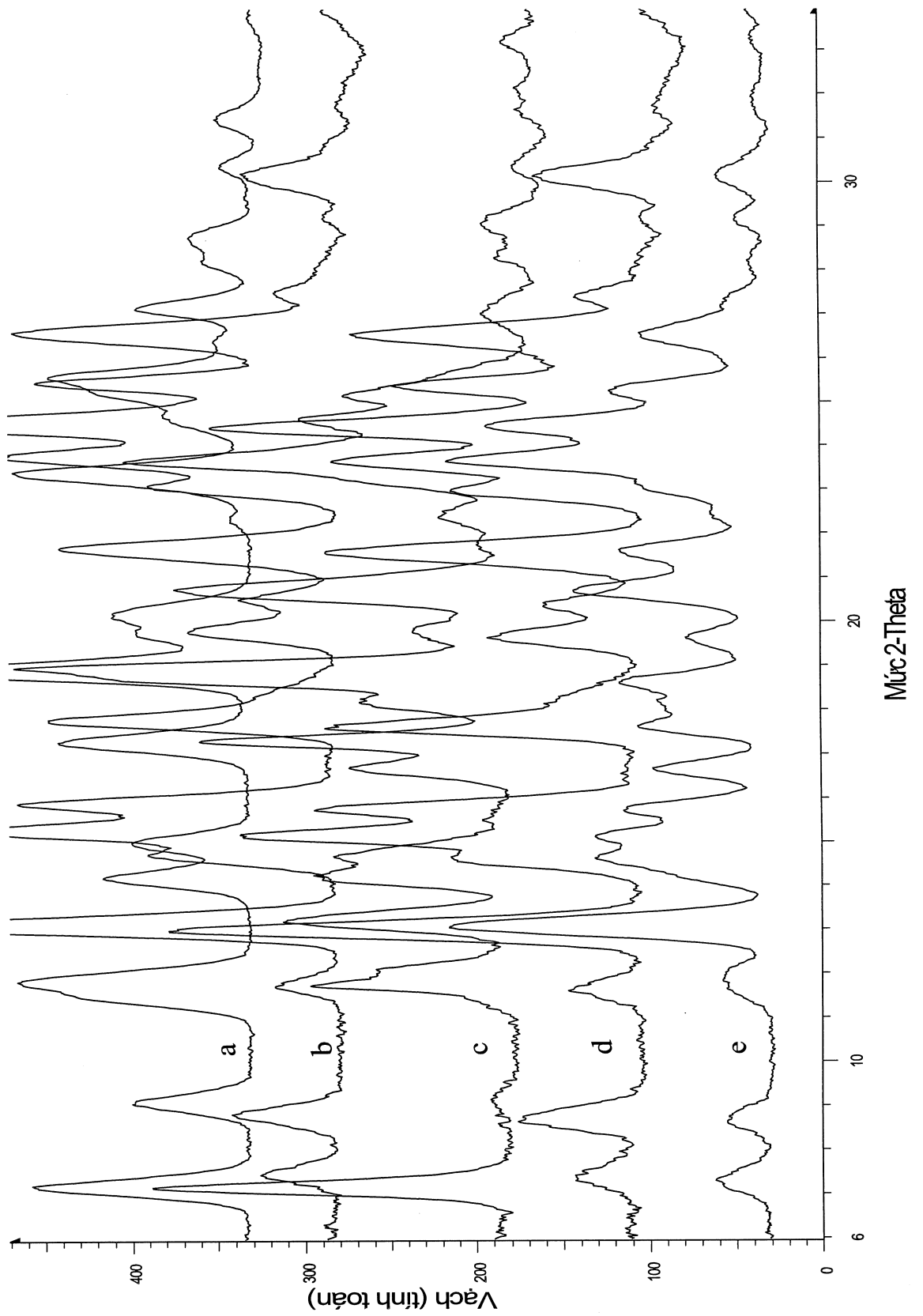


FIG. 3



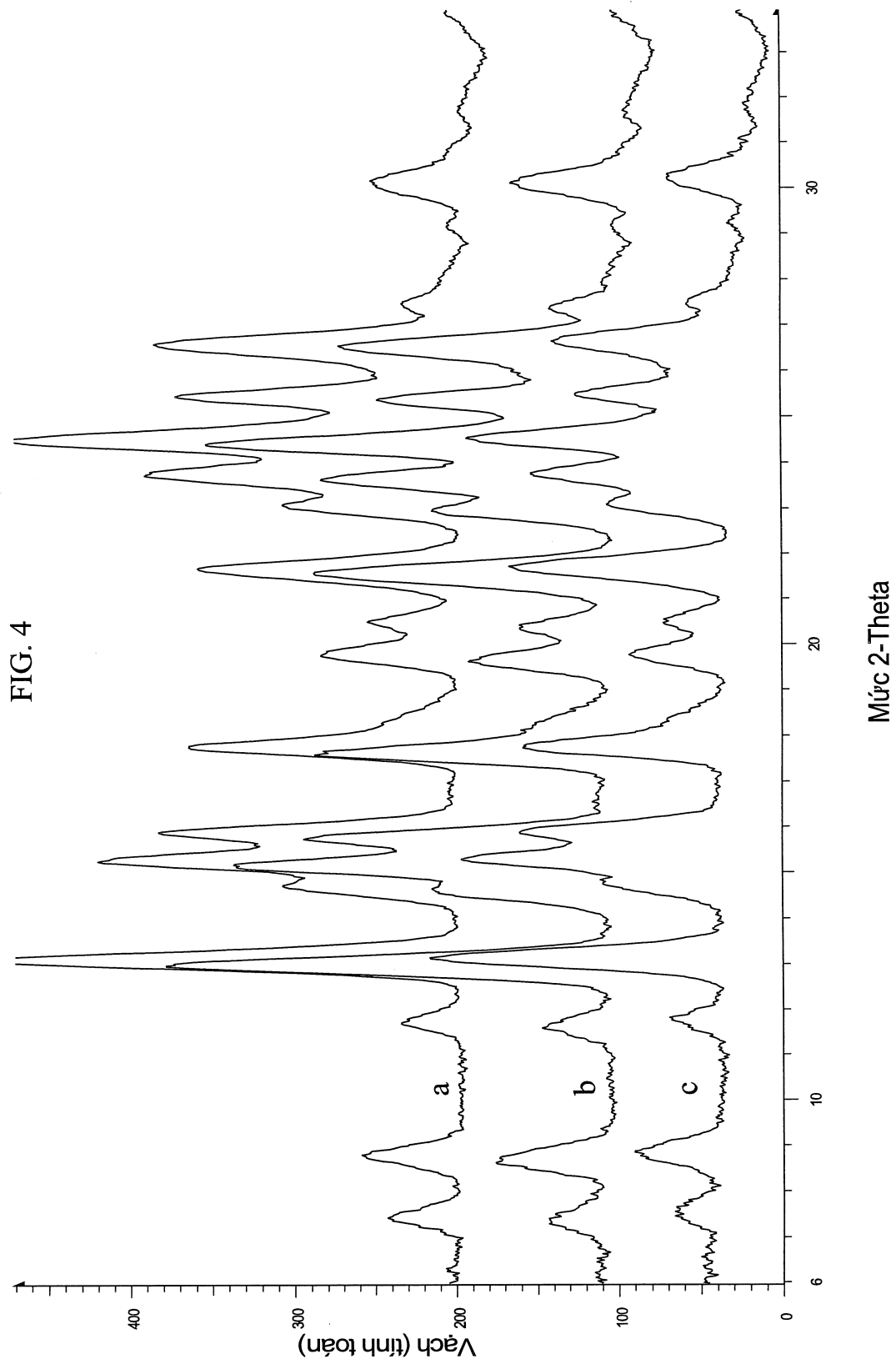


FIG. 5

