



(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)



1-0032482

(51)⁷ A01P 3/00; A01N 31/00; A01N 33/00; (13) B
A01N 41/00; A01P 7/00; A01N 59/06;
A01P 13/00; A01N 25/02; A01N 43/00

(21) 1-2014-01573

(22) 17/10/2012

(86) PCT/US2012/060571 17/10/2012

(87) WO2013/059288 25/04/2013

(30) 61/548,273 18/10/2011 US

(45) 25/07/2022 412

(43) 25/07/2014 316A

(73) FMC CORPORATION (US)

2929 Walnut Street, Philadelphia, PA 19104, United States of America

(72) MARTIN, Timothy (US).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẾ PHẨM ĐẬM ĐẶC DẠNG HUYỀN PHÙ NHŨ TƯƠNG, QUY TRÌNH ĐIỀU
CHẾ CHẾ PHẨM HUYỀN PHÙ NHŨ TƯƠNG VÀ CHẾ PHẨM ĐẬM ĐẶC
DẠNG HUYỀN PHÙ TRONG NƯỚC

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương, quy trình điều chế chế phẩm huyền phù nhũ tương và chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước. Các chế phẩm này có tính chất diệt cỏ và chứa hoạt chất diệt cỏ và nhôm oxit được hun khói làm chất ổn định mà có tính ổn định về mặt hoá học và lý học cũng như đặc tính phân tán lại mỹ mãn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực chế phẩm hoá nông.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Để có thể loại trừ hoặc phòng trừ một cách hiệu quả các thực vật không mong muốn, mong muốn là sử dụng chế phẩm thuốc diệt cỏ hóa học một cách hiệu quả. Chế phẩm chứa hai hoặc nhiều thuốc diệt cỏ là mong muốn trong lĩnh vực nông nghiệp, các ứng dụng đặc hiệu và những nỗ lực liên quan nhờ việc mở rộng phổ hoặc phạm vi của các loài thực vật không mong muốn bị giết hoặc được phòng trừ.

Do mong muốn tìm ra chế phẩm với các đặc tính được nêu trên đây, sẽ có lợi nếu sử dụng các tổ hợp thuốc diệt cỏ để thu được tác dụng phòng trừ được cải thiện đối với nhiều loài cỏ khác nhau hơn việc dùng thuốc diệt cỏ đơn lẻ. Các tổ hợp của các thuốc diệt sinh vật gây hại là đã được biết đến và sẵn có ở dạng dung dịch hỗn hợp của các hoạt chất trong các chế phẩm có bán sẵn trên thị trường của chúng. Một phương pháp điều chế chế phẩm này là để chỉ dạng "trộn theo bể", trong đó các thành phần ở dạng có bán sẵn trên thị trường của chúng được trộn với nhau nhờ người sử dụng với một lượng nước. Các cách trộn dùng bể đòi hỏi người sử dụng cuối cùng mua hai hoặc nhiều chế phẩm thương mại, bảo quản chúng, tính lượng chính xác của từng hoạt chất, cân đo các lượng này vào hỗn hợp và khi có chỗ trống, bố trí nhiều vật chứa. Việc trộn dùng bể hai hoặc ba chế phẩm thương mại khác nhau thường dẫn đến sự không ổn định về lý học, gây ra kết tủa, kết cụm, tách pha các hoạt chất và các vấn đề tương tự, tạo ra sự phân bố không đều của các hoạt chất. Việc kết hợp các hoạt chất vào một chế phẩm là có lợi nhưng thường là phức tạp do các hoạt chất có các đặc tính lý học khác nhau rất lớn, trong đó tính ổn định về hoá học và vật lý là các vấn đề.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương trong nước hoặc huyền phù trong nước có tính chất diệt cỏ chứa hoạt chất diệt cỏ và nhôm oxit

được hun khói làm chất ổn định có tính ổn định về mặt hoá học và vật lý mỹ mãn cũng như đặc tính phân tán lại mỹ mãn.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương trong nước hoặc huyền phù trong nước có tính chất diệt cỏ chứa hoạt chất diệt cỏ và nhôm oxit được hun khói làm chất ổn định có tính ổn định về mặt hoá học và vật lý mỹ mãn cũng như đặc tính phân tán lại mỹ mãn.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề cập đến chế phẩm huyền phù nhũ tương trong nước mới chứa chất diệt cỏ bao gồm atrazin, pyroxasulfon và fluthiaxet-metyl có tính ổn định về mặt hoá học và vật lý mỹ mãn cũng như phân tán lại mỹ mãn.

Cụ thể là, chế phẩm huyền phù nhũ tương trong nước theo sáng chế bao gồm:

- i) chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước chứa pyroxasulfon và atrazin;
- ii) chế phẩm nhũ tương trong nước chứa fluthiaxet-metyl; và
- iii) nhôm oxit được hun khói.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm huyền phù nhũ tương trong nước, quy trình này bao gồm các bước:

- i) tạo ra chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước chứa pyroxasulfon và atrazin;
- ii) tạo ra chế phẩm nhũ tương trong nước chứa fluthiaxet-metyl;
- iii) trộn huyền phù đậm đặc và chế phẩm nhũ tương trong nước với nhau và
- iv) bổ sung nhôm oxit được hun khói vào và trộn hỗn hợp này để tạo thành hỗn hợp đồng nhất.

Theo một phương án khác nữa, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm huyền phù nhũ tương trong nước, quy trình này bao gồm các bước:

- i) tạo ra chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước chứa pyroxasulfon và atrazin và nhôm oxit được hun khói;
- ii) tạo ra chế phẩm nhũ tương trong nước chứa fluthiaxet-metyl;

iii) trộn huyền phù đậm đặc và chế phẩm nhũ tương trong nước với nhau để tạo thành hỗn hợp đồng nhất.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước, chế phẩm này bao gồm:

i) thành phần có hoạt tính về mặt nông nghiệp bao gồm fluthiaxet-metyl, atrazin và pyroxasulfon;

ii) thành phần chất hoạt động bề mặt bao gồm copolyme ghép acrylic và copolyme khối polyalkylen oxit;

iii) chất chống tạo bọt;

iv) thuốc diệt sinh vật;

v) chất điều chỉnh độ pH;

vi) chất chống đông; và

vii) nhôm oxit được hun khói.

Đã bất ngờ phát hiện ra rằng, việc bổ sung nhôm oxit được hun khói vào huyền phù nhũ tương hoặc chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù tạo ra tính ổn định về mặt hoá học và vật lý khác thường cho chế phẩm. Các chất ổn định khác, ví dụ, silic oxit được hun khói, khi được sử dụng với sự có mặt của huyền phù nhũ tương hoặc chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù, tạo ra tính ổn định về mặt hoá học tốt nhưng thiếu tính ổn định về mặt lý học (ví dụ, tạo thành kết tủa sau 24 giờ ở nhiệt độ trong phòng, khó phân tán lại). Việc bổ sung nhôm oxit được hun khói vào chế phẩm huyền phù nhũ tương hoặc chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù cho ra chế phẩm ổn định về mặt hoá học và lý học. Trong quá trình điều chế chế phẩm huyền phù nhũ tương, nhôm oxit được hun khói có thể được bổ sung vào phần chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù, hoặc có thể được bổ sung vào thành phẩm; tốt hơn là nó được bổ sung vào phần huyền phù đậm đặc của chế phẩm.

Theo một khía cạnh của sáng chế, chế phẩm huyền phù nhũ tương được tạo thành bằng cách kết hợp chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù với chế phẩm nhũ tương trong nước. Huyền phù đậm đặc (suspension concentrate - SC) là chế phẩm, trong đó

(các) hoạt chất rắn được tạo huyền phù trong chất mang lỏng. Phần chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước của huyền phù nhũ tương còn bao gồm thành phần chất hoạt động bề mặt, chất điều chỉnh độ pH (tùy ý), chất chống đông, chất chống tạo bọt và chất kháng vi sinh vật (thuốc diệt sinh vật). Atrazin có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40% đến 55% theo trọng lượng, tốt hơn là với lượng nằm trong khoảng từ 44% đến 51% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Pyraxosulfon có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến khoảng 7% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Thành phần chất hoạt động bề mặt được tạo thành từ ít nhất hai chất hoạt động bề mặt; copolyme alkyl EO/PO và copolyme ghép acrylic. Copolyme alkyl EO/PO tốt hơn là, ví dụ, TERGITOL™ XD Surfactant, là sản phẩm của Dow® Chemicals và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2% đến 3% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Tốt hơn là, copolyme ghép acrylic là, ví dụ, TERSPERSE® 2500 Dispersant, là sản phẩm của Huntsman Performance Products và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 3% đến 4% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Chất điều chỉnh độ pH tốt hơn là axit, ví dụ, axit axetic băng, và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0% đến 0,13% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Chất chống đông tốt hơn là propylen glycol và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 10% theo trọng lượng, tốt hơn là 6% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Chất chống tạo bọt tốt hơn là nhũ tương silicon, ví dụ, DOWCORNING® AF Emulsion là sản phẩm của Dow® Chemical Company và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,5% theo trọng lượng, tốt hơn là 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Tốt hơn là, thuốc diệt sinh vật gây hại là, ví dụ, KATHON™ CG hoặc LEGEND® MK, cả hai là sản phẩm của Dow® Chemical Company hoặc Acticide® MV là sản phẩm của Thor Specialties, Inc., và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,5% theo trọng lượng, tốt hơn là 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Thành phần ổn định là nhôm oxit được hun khói, tốt hơn là dạng phân tán trong nước có tính axit, ví dụ, AERODISP® W 630, là sản phẩm của Evonik Industries, và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5% đến 2% theo trọng lượng của tất cả các thành phần

trong chế phẩm SC. Chế phẩm SC có thể còn bao gồm chất làm đặc, ví dụ, magie nhôm silicat (Veegum® Magnesium Aluminum Silicate từ R.T. Vanderbilt Company).

Nhũ tương trong nước (emulsion in water - EW) là chế phẩm, trong đó các giọt nhỏ của pha không hòa tan trong nước (dung môi hòa tan trong dầu hoặc không hòa tan trong nước) được phân bố đều trong nước. Phần EW của chế phẩm huyền phù nhũ tương theo sáng chế còn bao gồm dung môi không hòa tan trong nước, thành phần chất hoạt động bề mặt, chất điều chỉnh độ pH, chất chống đông, chất chống tạo bọt và chất kháng vi sinh vật (thuốc diệt sinh vật). Fluthiaxet-metyl có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 2% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW. Dung môi tốt hơn là dung môi thơm, ví dụ, Aromatic 200 hoặc Aromatic 200 ND, là sản phẩm của ExxonMobil™ Chemicals, và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 45% đến 50% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW. Thành phần chất hoạt động bề mặt được tạo thành từ ít nhất hai chất hoạt động bề mặt; chất hoạt động bề mặt polyme không ion và copolyme khối polyalkylen oxit. Chất hoạt động bề mặt polyme không ion tốt hơn là, ví dụ, Atlox™ 4914, là sản phẩm của Crodia Crop Care và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 4% đến 5% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW. Copolyme khối polyalkylen oxit tốt hơn là, ví dụ, Atlas™ G-5000, là sản phẩm của Crodia Crop Care và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 4,5% đến 5,5% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW. Tốt hơn là, chất điều chỉnh độ pH là axit, ví dụ, axit axetic băng, và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,01% đến 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW. Tốt hơn là, chất chống đông là propylen glycol và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 10% theo trọng lượng, tốt hơn là 6% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW. Tốt hơn là, chất chống tạo bọt là nhũ tương silicon, ví dụ, DOWCORNING® AF Emulsion là sản phẩm của Dow® Chemical Company và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,5% theo trọng lượng, tốt hơn là 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW. Thuốc diệt sinh vật gây hại tốt hơn là, ví dụ, KATHON™ CG hoặc LEGEND® MK, cả hai là sản phẩm của Dow® Chemical Company hoặc Acticide® MV là sản phẩm của Thor Specialties, Inc. và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm EW.

Trong một phương án khác của sáng chế, huyền phù trong nước đậm đặc được tạo thành nhờ sử dụng nhôm oxit được hun khói làm chất ổn định. Chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước bao gồm hoạt chất bao gồm fluthiaxet-metyl, pyroxasulfon và atrazin; thành phần chất hoạt động bề mặt bao gồm copolyme ghép acrylic và copolyme polyalkylen oxit; chất chống tạo bọt; thuốc diệt sinh vật; chất điều chỉnh độ pH; chất chống đông; và chất ổn định. Fluthiaxet-metyl có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 0,2% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Pyroxasulfon có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% to 7% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Atrazin có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40% đến 45% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Thành phần chất hoạt động bề mặt được tạo thành từ copolyme ghép acrylic và copolyme khối polyalkylen oxit. Copolyme ghép acrylic tốt hơn là, ví dụ, TERSPERSE® 2500 Dispersant, là sản phẩm của Huntsman Performance Products và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2,5% đến 3,0% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Copolyme khối polyalkylen oxit tốt hơn là, ví dụ, Atlas™ G-5000, là sản phẩm của Crodia Crop Care và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2,5% đến 2,75% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Chất điều chỉnh độ pH tốt hơn là axit, ví dụ, axit axetic băng, và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,01% đến 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Chất chống đông tốt hơn là propylen glycol và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 10% theo trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5,5% đến 6% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Chất chống tạo bọt tốt hơn là nhũ tương silicon, ví dụ, DOWCORNING® AF Emulsion là sản phẩm của Dow® Chemical Company và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC. Thuốc diệt sinh vật gây hại tốt hơn là, ví dụ, KATHON™ CG hoặc LEGEND® MK, cả hai là sản phẩm của Dow® Chemical Company hoặc Acticide® MV là sản phẩm của Thor Specialties, Inc., và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,01% đến 0,1% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong toàn bộ chế phẩm. Thành phần ổn định là nhôm oxit được hun khói, tốt hơn là dạng phân tán trong nước có tính axit, ví dụ, AERODISP® W 630, là sản phẩm của Evonik Industries, và có mặt với lượng nằm

trong khoảng từ 0,5% đến 2% theo trọng lượng của tất cả các thành phần trong chế phẩm SC.

Tỷ lệ trọng lượng của fluthiaxet-metyl so với pyrazosulfon so với atrazin có thể biến thiên trên khoảng rộng, nhưng thường là nằm trong khoảng từ 1:33:284 đến 1:40:325.

Theo một phương án cụ thể, sáng chế đề xuất phương pháp phòng trừ các thực vật không mong muốn, phương pháp này bao gồm việc dùng lượng có tác dụng diệt sinh vật gây hại của chế phẩm của sáng chế đến vùng này nơi mà mong muốn phòng trừ này.

Như được sử dụng trong bản mô tả này và, trừ khi có quy định khác, thuật ngữ “thuốc diệt cỏ” được dùng để chỉ phân tử hoặc tổ hợp của các phân tử có khả năng ức chế hoặc theo cách khác làm chết các thực vật không mong muốn, như là, nhưng không chỉ giới hạn ở, cỏ dại độc hại hoặc gây cản trở, các thực vật lá rộng, cỏ và cây lách và có thể được sử dụng để bảo vệ mùa màng, bảo vệ dinh thự hoặc bảo vệ trường đua. Thuật ngữ “lượng có tác dụng diệt cỏ” là để chỉ lượng cần thiết để tạo ra hiệu quả diệt cỏ quan sát được đối với sự sinh trưởng của thực vật không mong muốn, bao gồm hiệu quả làm hoại tử, làm chết, ức chế tăng trưởng, ức chế sự sinh sản, ức chế sự tăng sinh, và loại bỏ, phá hủy, hoặc theo cách khác làm giảm sự xuất hiện và hoạt động của các thực vật không mong muốn.

Các thuật ngữ “nhiệt độ môi trường” và “nhiệt độ trong phòng” như được sử dụng ở đây nhìn chung là để chỉ nhiệt độ phù hợp bất kỳ được thấy trong phòng thí nghiệm hoặc khu vực làm việc khác, và nhìn chung là không thấp hơn khoảng 15°C không cao hơn khoảng 30°C.

Như được sử dụng ở đây, “% theo trọng lượng của các thành phần trong chế phẩm” bao gồm % theo trọng lượng của tất cả các thành phần lỏng và rắn trong chế phẩm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Quy trình điều chế và chế phẩm theo sáng chế còn được minh họa bởi các ví dụ dưới đây. Các ví dụ này chỉ dùng để minh họa sáng chế và không nên được hiểu là giới hạn phạm vi của sáng chế khi mà các dạng biến đổi khác của sáng chế sẽ là hiển nhiên đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Tất cả các dạng biến đổi này đều được xem là nằm trong phạm vi của sáng chế như được xác định trong các điểm yêu cầu bảo hộ.

Ví dụ 1

Điều chế chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương chứa atrazin, pyroxasulfon và fluthiaxet-metyl với nhôm oxit được hun khói làm chất ổn định

Bước A: Huyền phù đậm đặc (Suspension Concentrate-SC) atrazin/pyroxasulfon

Bổ sung hỗn hợp gồm 179,90g nước được loại ion, 0,10g axit axetic băng, 36,00g polyetylen glycol, 0,60g chất chống tạo bọt (Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company), 0,60g chất bảo quản (Kathon™ CG/ICP là sản phẩm của Dow Chemical Company), 14,10g chất hoạt động bề mặt không ion copolyme alkyl EO/PO (Tergitol™ XD là sản phẩm của Dow Chemical Company), 20,10g chất hoạt động bề mặt copolyme ghép acrylic (Tersperse® G-2500 là sản phẩm của Huntsman Performance Products), 7,80g dạng phân tán trong nước của nhôm oxit được hun khói (Aerodisp® W630 là sản phẩm của Evonic Industries), 37,50g pyroxasulfon (độ tinh khiết 99,3%) và 303,0g atrazin (độ tinh khiết 97,0%) vào cốc thí nghiệm dung tích 1 lít và trộn trong 5 phút ở tốc độ 4500 vòng/phút bằng cách sử dụng thiết bị tạo đồng nhất Silverson. Chuyển hỗn hợp này vào máy nghiền Eiger và nghiền trong 15 phút ở tốc độ 3000 vòng/phút, đạt được cỡ hạt $D_{90} < 3\mu\text{m}$.

Bước B: Nhũ tương trong nước (EW) fluthiaxet-metyl

Bổ sung fluthiaxet-metyl, 12,36g (độ tinh khiết 99,1%) và 47,50g chất hoạt động bề mặt polyme không ion (Atlox™ 4914 là sản phẩm của Crodia Crop Care) vào 475,00g dung môi thơm đã làm nghèo naphthalen (Aromatic 200 ND là sản phẩm của ExxonMobile Chemicals). Khuấy hỗn hợp này và gia nhiệt đến khoảng 65°C, tạo thành dung dịch. Dung dịch này được bổ sung vào dung dịch ẩm (khoảng 65°C) chứa

0,50g axit axetic băng, 60,00g propylen glycol, 50,00g copolyme khối polyalkylen oxit (Atlas™ G5000 là sản phẩm của Crodia Crop Care), 0,50g chất chống tạo bọt (Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company) và 1,00g chất bảo quản (Kathon™ CG/ICP là sản phẩm của Dow Chemical Company) trong 353,00g nước được loại ion. Tạo đồng nhất hỗn hợp này nhờ sử dụng thiết bị tạo đồng nhất Silverson cho đến khi hỗn hợp đồng nhất được tạo thành.

Bước C: Tạo huyền phù nhũ tương (SE) đậm đặc

Huyền phù nhũ tương đậm đặc được tạo thành bằng cách kết hợp 367,82g atrazin/pyroxasulfon SC từ Bước A với 51,84g fluthiaxet-metyl EW từ Bước B và 4,67g nước được loại ion. Khuấy chế phẩm tạo thành cho đến khi thu được hỗn hợp đồng nhất. Chia đều chế phẩm huyền phù nhũ tương đậm đặc tạo thành vào các lọ thủy tinh loại 226,80g (8 auxo), bịt kín và bảo quản để thử nghiệm về tính ổn định hoặc ở nhiệt độ cao là 54°C trong 2 tuần. Sau 2 tuần ở nhiệt độ cao, phân tích bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (High Performance Liquid Chromatography - HPLC) chỉ ra các kết quả sau đây: bắt đầu phân tích - atrazin 42,33%; pyroxasulfon 5, 40%; fluthiaxet-metyl 0,16%; atrazin ở nhiệt độ cao 42,48%; pyroxasulfon 5, 42%; fluthiaxet-metyl 0,16%; chỉ ra rằng chế phẩm là ổn định về mặt hoá học.

Sự kiểm tra bằng mắt thường chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương ở thời điểm 2 tuần cho thấy không có sự tách pha hoặc đóng cặn, chứng tỏ chế phẩm là ổn định về mặt lý học.

Ví dụ 2

Chế phẩm huyền phù đậm đặc (SC) atrazin/pyroxasulfon và nhũ tương trong nước (EW) fluthiaxet-metyl với nhôm oxit được hun khói làm chất ổn định

Theo cách tương tự với Bước A của Ví dụ 1, điều chế các chế phẩm SC bổ sung chứa atrazin và pyroxasulfon. Theo cách tương tự với Bước B của Ví dụ 1, điều chế các chế phẩm EW bổ sung chứa fluthiaxet-metyl. Bảng 2A dưới đây thể hiện các chế phẩm SC bổ sung; Bảng 2B thể hiện các chế phẩm EW bổ sung.

Bảng 2A

Chế phẩm SC chứa Atrazin và Pyroxasulfon

Thành phần*	% theo trọng lượng của thành phần trong chế phẩm SC								
	2-1A	2-2A	2-3A	2-4A	2-5A	2-6A	2-7A	2-8A	2-9A
Pyroxasulfon	6,25	6,25	6,25	6,41	5,90	5,90	5,15	5,15	5,90
Atrazin	50,50	50,50	50,50	52,10	50,50	50,50	44,50	44,50	50,50
Terg XD	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35	2,35
Tersp 2500	3,35	3,35	3,35	3,35	3,35	3,35	3,35	3,35	3,35
Aerodisp	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30	1,80	0,50	1,25	0,90
Axit axetic băng	0	0,05	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Glycol	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	6,00
Dow AF	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Kathon	0,10	0,10	0,10	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Chất làm đặc	0	0	0	0	0	0	0,34	0,34	0
Nước	30,05	30,00	29,95	28,14	30,25	29,75	37,36	36,61	30,65

Pyroxasulfon, độ tinh khiết 99,3%

Atrazin, 97% tinh khiết

Terg XD = Tergitol™ XD là sản phẩm của Dow Chemical Company

Tersp 2500 = Tersperse® 2500 là sản phẩm của Huntsman Performance Products

Aerodisp = Aerodisp® W630 là sản phẩm của Evonic Industries

Glycol = Propylen glycol

Dow AF = Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company

Kathon = Kathon™ CG/ICP là sản phẩm của Dow Chemical Company

Chất làm đặc = Veegum® Magnesium Aluminum Silicate là sản phẩm của R.T. Vanderbilt Company Inc.

Bảng 2B

Chế phẩm EW chứa Fluthiaxet-metyl

Thành phần*	% theo trọng lượng của thành phần trong chế phẩm EC	
	2-2A	2-2B
Fluthiaxet-Metyl	1,236	1,236
Aromatic 200ND	47,500	47,500
Atlox	4,750	4,750
Atlas	5,000	5,000
Axit axetic băng	0,050	0,050
Propylen Glycol	6,000	6,000
Thuốc diệt sinh vật	(Kathon) 0,150	(Acticide) 0,090
Dow AF	0,050	0,050
Chất làm đặc	0,090	0
Nước	35,174	35,324

*Fluthiaxet-metyl độ tinh khiết 99,1%, thử nghiệm

Aromatic 200 ND là sản phẩm của ExxonMobile Chemicals

Atlox = Atlox™ 4914 là sản phẩm của Crodia Crop Care

Atlas = Atlas™ G5000 là sản phẩm của Crodia Crop Care

Kathon = Kathon™ CG/ICP là sản phẩm của Dow Chemical Company

Acticide = Acticide® MV là sản phẩm của Thor Specialties, Inc.

Dow AF = Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company

Chất làm đặc = Kelzan® ASX Xanthan Gum của CPKelco A Huber Company

Ví dụ 3

Điều chế chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương chứa atrazin, pyroxasulfon và fluthiaxet-metyl với nhôm oxit được hun khói làm chất ổn định

Bước A: Huyền phù đậm đặc (SC) atrazin/pyroxasulfon

Bổ sung hỗn hợp gồm 2,311kg nước được loại ion, 7,7g axit axetic băng, 463,0g polyetylen glycol, 7,7g chất chống tạo bọt (Dow® Antifoam AF là sản phẩm

của Dow Chemical Company), 6,9g chất bảo quản (Acticide® MV là sản phẩm của Thor Specialties, Inc.), 181,4g chất hoạt động bề mặt không ion copolyme alkyl EO/PO (Tergitol™ XD là sản phẩm của Dow Chemical Company), 258,5g chất hoạt động bề mặt copolyme ghép acrylic (Tersperse® G-2500 là sản phẩm của Huntsman Performance Products) vào bể bột nhão và trộn cho đến khi đồng nhất. Tiến hành bổ sung từng phần pyrooxasulfon (480,0g, độ tinh khiết 99,3%) và atrazin (3,862,0kg, độ tinh khiết 97,0%) vào bể này sao cho từng phần bổ sung được trộn kỹ trước khi bổ sung phần tiếp theo. Chuyển hỗn hợp này vào máy nghiền (mài mòn) và nghiền, giữ nhiệt độ nhỏ hơn 30°C, cho đến khi đạt được cỡ hạt là $D_{90} < 3\mu\text{m}$. Chuyển hỗn hợp đã nghiền này vào bể trộn và bổ sung 138,9g dạng phân tán trong nước của nhôm oxit được hun khói (Aerodisp® W630 là sản phẩm của Evonic Industries) vào. Khuấy hỗn hợp này trong một giờ để tạo ra 6,79kg huyền phù đậm đặc.

Bước B: Nhũ tương trong nước (EW) fluthiaxet-metyl

Điều chế pha hữu cơ bằng cách bổ sung 141,4g fluthiaxet-metyl (độ tinh khiết 99,1) và 544,5g chất hoạt động bề mặt polyme không ion (Atlox™ 4914 là sản phẩm của Crodia Crop Care) vào 5,4446kg dung môi thơm đã làm nghèo naphthalen (Aromatic 200 ND từ ExxonMobil Chemicals). Khuấy hỗn hợp này và gia nhiệt đến khoảng 55°C, trong bể hai vỏ dung tích 15 lít với thiết bị đồng nhất nội dòng, tạo thành dung dịch. Điều chế pha trong nước bằng cách bổ sung 5,7g axit axetic băng, 687,7g propylen glycol, 573,1g copolyme khối polyalkylen oxit (Atlas™ G5000 là sản phẩm của Crodia Crop Care), 5,70g chất chống tạo bọt (Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company) và 4,0492kg nước được loại ion vào bể trộn và gia nhiệt ở 55°C cho đến khi thu được hỗn hợp đồng nhất. Pha hữu cơ ấm được bổ sung vào pha trong nước qua đường quay vòng lại của thiết bị đồng nhất nội dòng. Một khi bổ sung xong, việc đồng nhất được tiếp tục cho đến khi đạt được cỡ hạt nhỏ hơn 3 micron ở D_{90} . Hỗn hợp này được để nguội đến nhiệt độ trong phòng và bổ sung 10,3g chất bảo quản (Acticide® MV là sản phẩm của Thor Specialties, Inc.) và khuấy cho đến khi thu được hỗn hợp đồng nhất, khoảng 11,2kg.

Bước C: Tạo huyền phù nhũ tương (SE) đậm đặc

Huyền phù nhũ tương đậm đặc được tạo thành bằng cách kết hợp 6,658 kg atrazin/pyroxasulfon SC từ Bước A với 941,0g fluthiaxet-metyl EW từ Bước B và 186,0g nước được loại ion. Khuấy chế phẩm tạo thành cho đến khi thu được hỗn hợp đồng nhất, 7,77kg. Bảo quản chế phẩm huyền phù nhũ tương này trong các vật chứa thủy tinh kín riêng rẽ.

Ví dụ tham chiếu A

Điều chế chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương của atrazin, pyroxasulfon và fluthiaxet-metyl với silic oxit được hun khói làm chất ổn định

Bước A: Huyền phù đậm đặc (SC) atrazin/pyroxasulfon

Bổ sung hỗn hợp gồm 186,8g nước được loại ion, 0,50g axit axetic băng, 30,00g polyetylen glycol, 0,50g chất chống tạo bọt (Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company), 0,75g chất bảo quản (Kathon™ CG/ICP là sản phẩm của Dow Chemical Company), 11,75g chất hoạt động bề mặt không ion copolyme alkyl EO/PO (Tergitol™ XD là sản phẩm của Dow Chemical Company), 16,75g chất hoạt động bề mặt copolyme ghép acrylic (Tersperse® G-2500 là sản phẩm của Huntsman Performance Products), 2,50g dạng phân tán trong nước của silic oxit được hun khói (Aerodisp® W 7512 S là sản phẩm của Evonic Industries, một chất ổn định nhũ tương thường được sử dụng), 25,75g pyroxasulfon (độ tinh khiết 99,3%) và 222,50g atrazin (độ tinh khiết 97,0%) vào cốc thí nghiệm dung tích 1 lít và trộn trong 5 phút ở tốc độ 4500 vòng/phút nhờ sử dụng thiết bị đồng nhất Silverson. Chuyển hỗn hợp này vào máy nghiền Eiger và nghiền trong 15 phút ở tốc độ 3000 vòng/phút, đạt được cỡ hạt là $D_{90} < 3\mu\text{m}$.

Bước B: Nhũ tương trong nước (EW) fluthiaxet-metyl

Bổ sung fluthiaxet-metyl, 18,54g (độ tinh khiết 99,1) và 71,25g chất hoạt động bề mặt polyme không ion (Atlox™ 4914 là sản phẩm của Crodia Crop Care) vào 712,50g dung môi thơm đã làm nghèo naphtalen (Aromatic 200 ND từ ExxonMobil Chemicals). Khuấy hỗn hợp này và gia nhiệt đến khoảng 65°C, tạo thành dung dịch. Dung dịch này được bổ sung vào dung dịch ấm (khoảng 65°C) chứa 0,75g axit axetic băng, 90,00g propylen glycol, 75,00g copolyme khối polyalkylen oxit (Atlas™ G5000

là sản phẩm của Crodia Crop Care), 0,75g chất chống tạo bọt (Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company) và 2,25g chất bảo quản (Kathon™ CG/ICP là sản phẩm của Dow Chemical Company) trong 527,61g nước được loại ion. Tiến hành đồng nhất hỗn hợp này nhờ sử dụng thiết bị đồng nhất Silverson cho đến khi hỗn hợp đồng nhất được tạo thành.

Bước C: Tạo huyền phù nhũ tương (SE) đậm đặc

Huyền phù nhũ tương đậm đặc được tạo thành bằng cách kết hợp 449,3g atrazin/pyroxasulfon SC từ Bước A với 50,8g fluthiaxet-metyl EW từ Bước B và 4,67g nước được loại ion. Khuấy chế phẩm tạo thành cho đến khi thu được hỗn hợp đồng nhất. Bảo quản chế phẩm huyền phù nhũ tương này trong các vật chứa thủy tinh kín riêng rẽ.

Ví dụ 4

Điều chế chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước chứa atrazin, pyroxasulfon và fluthiaxet-metyl với nhôm oxit được hun khói làm chất ổn định

Bổ sung hỗn hợp gồm 308,72g nước được loại ion, 0,72g axit axetic băng, 46,88g polyetylen glycol, 0,72g chất chống tạo bọt (Dow® Antifoam AF là sản phẩm của Dow Chemical Company), 0,72g chất bảo quản (Acticide® MV là sản phẩm của Thor Specialties, Inc.), 22,96g chất hoạt động bề mặt copolyme ghép acrylic (Tersperse® G-2500 là sản phẩm của Huntsman Performance Products), 20,88g copolyme khối polyalkylen oxit (Atlas™ G5000 là sản phẩm của Crodia Crop Care), 12,32g dạng phân tán trong nước của silic oxit được hun khói (Aerodisp® W 7512 S là sản phẩm của Evonic Industries, chất ổn định nhũ tương thường được sử dụng), 42,56g pyroxasulfon (độ tinh khiết 99,3%), 342,40g atrazin (độ tinh khiết 97,0%) và 1,20g fluthiaxet-metyl (độ tinh khiết 99,1) vào cốc thí nghiệm dung tích 2 lít và trộn trong 5 phút ở tốc độ 4500 vòng/phút sử dụng thiết bị đồng nhất Silverson. Chuyển hỗn hợp này vào máy nghiền Eiger và nghiền cho đến khi đạt được cỡ hạt $D_{90} < 3\mu\text{m}$. Bảo quản chế phẩm SC này trong các vật chứa thủy tinh kín riêng rẽ.

Ví dụ 5

Dữ liệu về tính ổn định về mặt hoá học và vật lý

Tiến hành phân tích sự phân tán lại dung dịch pha loãng sử dụng hoặc 1,0g (1%) hoặc 3,0g (3%) chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương từ Ví dụ 3 và ví dụ tham chiếu A được bổ sung vào 99,0mL hoặc 97,0mL nước với hoặc 20ppm hoặc 500ppm rắn trong ống Nessler dung tích 100 mL. Ống Nessler này được bịt kín bằng nút cao su và trộn các phần trong ống bằng cách lắc đảo ống 10 lần. Duy trì các mẫu thử nghiệm được tạo ra như vậy ở nhiệt độ môi trường. Đánh giá khả năng tái tạo huyền phù của chế phẩm được tiến hành ở 24 giờ và số nghịch chuyển cần để sản xuất hỗn hợp đồng nhất được ghi lại. Bảng 4A dưới đây thể hiện dữ liệu phân tán lại.

Bảng 4A

Dữ liệu tạo lại huyền phù từ Ví dụ 3 và ví dụ tham chiếu A

	1%		3%	
Sản phẩm	20ppm	500ppm	20ppm	500ppm
Ví dụ 3	3	3	6	6
Ví dụ tham chiếu A	6	14	100	100 với lớp màng trên đáy của ống

Phân tích chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương của Ví dụ 3 và Ví dụ 4 về tính ổn định về mặt hoá học và vật lý ở 24 giờ (Bắt đầu), chu trình Đông lạnh/Tan chảy (F/T) (ba chu trình trong 2 ngày ở âm 30°C/2 ngày ở nhiệt độ trong phòng) và 54°C trong 2 tuần. Cũng tiến hành phân tích huyền phù nhũ tương của Ví dụ 3 về tính ổn định về mặt hoá học và vật lý ở thời điểm một và ba tháng ở 50°C và một tháng ở nhiệt độ trong phòng. Đo độ nhớt mẫu (centipoise = 0,01poa) bằng cách sử dụng nhớt kế Brookfield RVT, kim số 3, tốc độ suất là 50. Đo cỡ hạt bằng cách sử dụng thiết bị phân tích phân bố cỡ hạt (Horiba Particle Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-910) ở D90 (90% các hạt có kích cỡ được tính theo micron). Đo % tách bằng mắt thường bằng cách đo độ cao của lớp được tách và chia số đó cho toàn bộ độ cao của vật chứa. Phân tích đối với các hoạt chất được tiến hành bằng phân tích HPLC trên cơ sở % theo trọng lượng. Các dữ liệu này được thể hiện trong Bảng 4B dưới đây.

Bảng 4B

Dữ liệu về tính ổn định về mặt hoá học và vật lý của huyền phù nhũ tương của Ví dụ 3

Mẫu Tham chiếu	Độ nhót	Cỡ hạt	% Tách	Fluthiaxet- metyl (% theo trọng lượng)	Pyroxasulfon (% theo trọng lượng)	Atrazin (% theo trọng lượng)
Ví dụ 3 Bắt đầu	376	1,3	0	0,15	5,40	43,00
Ví dụ 3 F/T	432	1,2	0	0,15	5,40	43,00
Ví dụ 3 2 tuần ở 54°C	184	2,6	0	0,15	5,39	43,28
Ví dụ 3 1 tháng ở 50°C	260	1,9	0	0,15	5,32	43,31
Ví dụ 3 1 tháng Ở Nhiệt độ trong phòng	342	2,0	0	ND	ND	ND
Ví dụ 3 3 Tháng ở 50°C	150	2,3	0	0,14	5,36	43,17
Ví dụ 4 Bắt đầu	78	1,7	ND	ND	ND	ND
Ví dụ 4 F/T	124	2,1	8,7	ND	ND	ND
Ví dụ 4 2 tuần ở 54°C	64	2,0	8,0	ND	ND	ND

(ND: không phát hiện được)

Như có thể thấy được từ dữ liệu được cung cấp trên đây, các chế phẩm ổn định về mặt lý học và hóa học được tạo thành bằng cách bổ sung nhôm oxit được hun khói vào chế phẩm nông nghiệp như chế phẩm huyền phù nhũ tương và chế phẩm huyền phù đậm đặc hơn các chế phẩm tương tự dùng chất ổn định thường được sử dụng như là silic oxit được hun khói.

Mặc dù sáng chế được mô tả với phần quan trọng dựa trên các phương án được ưu tiên, hiển nhiên đối với các người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này là các dạng biến đổi đối với các thiết bị và các phương pháp được ưu tiên có thể được sử dụng và có hàm ý rằng, sáng chế có thể được tiến hành khác đi so với nội dung được mô tả cụ thể ở đây. Do đó, sáng chế bao gồm tất cả các dạng biến đổi nằm trong phạm vi của sáng chế như được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ dưới đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương bao gồm:

- i) chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước chứa pyroxasulfon và atrazin;
- ii) chế phẩm nhũ tương trong nước chứa fluthiaxet-metyl; và
- iii) nhôm oxit được hun khói.

2. Chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương theo điểm 1, trong đó huyền phù trong nước đậm đặc còn bao gồm một hoặc nhiều thành phần trong số thành phần chất hoạt động bề mặt, chất điều chỉnh độ pH, chất chống đông, chất chống tạo bọt, chất làm đặc và chất kháng vi sinh vật.

3. Chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù nhũ tương theo điểm 1, trong đó nhũ tương trong nước đậm đặc còn bao gồm một hoặc nhiều thành phần trong số thành phần chất hoạt động bề mặt, chất điều chỉnh độ pH, chất chống đông, chất chống tạo bọt, chất làm đặc và chất kháng vi sinh vật.

4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó tỷ lệ trọng lượng của fluthiaxet-metyl so với pyroxasulfon so với atrazin nằm trong khoảng từ 1:33:284 đến 1:40:325.

5. Quy trình điều chế chế phẩm huyền phù nhũ tương, quy trình này bao gồm các bước:

- i) tạo ra chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước chứa pyroxasulfon và atrazin;
- ii) tạo ra chế phẩm nhũ tương trong nước chứa fluthiaxet-metyl;
- iii) trộn huyền phù đậm đặc và chế phẩm nhũ tương trong nước với nhau và
- iv) bổ sung nhôm oxit được hun khói và trộn hỗn hợp để tạo thành hỗn hợp đồng nhất.

6. Quy trình điều chế chế phẩm huyền phù nhũ tương, quy trình này bao gồm các bước:

- i) tạo ra chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước chứa pyroxasulfon và atrazin và nhôm oxit được hun khói;

ii) tạo ra chế phẩm nhũ tương trong nước chứa fluthiaxet-metyl;

iii) trộn huyền phù đậm đặc và chế phẩm nhũ tương trong nước với nhau để tạo thành hỗn hợp đồng nhất.

7. Chế phẩm đậm đặc dạng huyền phù trong nước bao gồm:

i) thành phần có hoạt tính về mặt nông nghiệp bao gồm fluthiaxet-metyl, atrazin và pyroxasulfon;

ii) thành phần chất hoạt động bề mặt bao gồm copolyme ghép acrylic và copolyme khối polyalkylen oxit;

iii) chất chống tạo bọt;

iv) thuốc diệt sinh vật;

v) chất điều chỉnh độ pH;

vi) chất chống đông; và

vii) nhôm oxit được hun khói.