



(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)



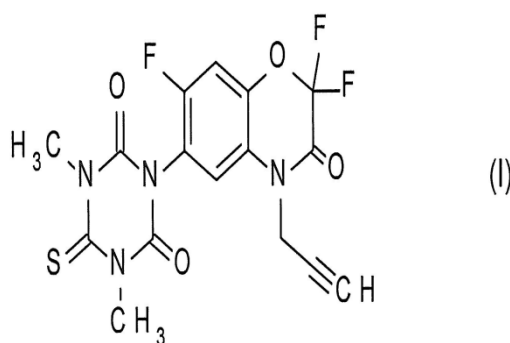
1-0032483

(51)⁷ C07D 413/04; A01N 43/84; A01P 13/00 (13) B

- (21) 1-2014-03946 (22) 15/05/2013
(86) PCT/EP2013/060028 15/05/2013 (87) WO/2013/174693 28/11/2013
(30) 61/651,602 25/05/2012 US; 12169638.9 25/05/2012 EP
(45) 25/07/2022 412 (43) 27/04/2015 325A
(73) BASF SE (DE)
67056 Ludwigshafen, Germany
(72) REINHARD, Robert (DE); CHIODO, Tiziana (IT); WOLF, Bernd (DE); SCHERER, Stefan (DE); BRATZ, Matthias (DE); WITSCHER, Matthias (DE); NEWTON, Trevor William (GB); SEITZ, Thomas (DE).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) HỢP CHẤT 1,5-DIMETYL-6-THIOXO-3-(2,2,7-TRIFLORO-3-OXO-4-(PROP-2-YNYL)-3,4-DIHYDRO-2H-BENZO[B][1,4]OXAZIN-6-YL)-1,3,5- TRIAZINAN-2,4-DION Ở DẠNG TINH THỂ A, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ VÀ THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT CHỨA HỢP CHẤT Ở DẠNG TINH THỂ NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến dạng tinh thể A mới của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình điều chế dạng tinh thể này và chế phẩm để bảo vệ thực vật chứa dạng tinh thể mới của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion.

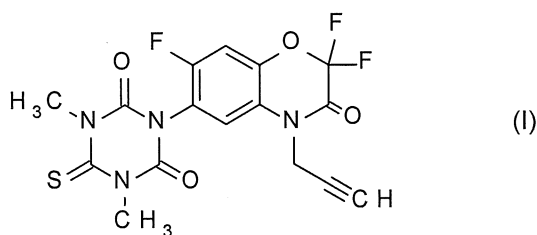


Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dạng tinh thể mới của hợp chất 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình điều chế dạng tinh thể này và chế phẩm để bảo vệ thực vật chứa dạng tinh thể mới của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion là hoạt chất diệt cỏ có công thức I:



1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion, dưới đây được đề cập là benzoxazinon I, và quy trình điều chế hợp chất này là đã biết trong WO 2010/145992. Quy trình này điều chế benzoxazinon I ở dạng chất rắn vô định hình. Chế phẩm lỏng chứa benzoxazinon I cũng đã được mô tả.

Để sản xuất hoạt chất này ở quy mô công nghiệp cũng như để phối chế các hoạt chất này, trong nhiều trường hợp những kiến thức liên quan đến sự tồn tại có thể có của các biến thể tinh thể (cũng được mô tả là dạng tinh thể) hoặc dạng solvat của

hoạt chất vẫn đang được thảo luận và những hiểu biết về các đặc tính cụ thể của các biến thể và solvat này và phương pháp điều chế chúng có vai trò quyết định. Một loạt hoạt chất có thể tồn tại ở nhiều dạng tinh thể khác nhau cũng như các biến thể vô định hình. Đa hình là thuật ngữ được sử dụng trong các trường hợp này. Đa hình là pha tinh thể rắn của hợp chất được đặc trưng bởi sự kín khít đặc trưng, đồng nhất và sự sắp xếp các phân tử trong chất rắn.

Các biến thể khác nhau của một hoặc cùng hoạt chất đôi khi có thể có các đặc tính khác nhau, ví dụ, khác nhau ở các đặc tính sau: độ hòa tan, áp suất hơi, tốc độ tan, độ ổn định đối với sự thay đổi pha thành biến thể khác, độ ổn định trong quá trình nghiền, độ ổn định huyền phù, đặc tính quang học và cơ học, tính hút ẩm, dạng và cỡ tinh thể, khả năng lọc, tỷ trọng, nhiệt độ nóng chảy, độ ổn định phân hủy, màu và đôi khi cả hoạt tính hóa học hoặc hoạt tính sinh học.

Những nỗ lực của chính người nộp đơn nhằm chuyển hóa benzoxazinon I thành chất rắn tinh thể bằng cách kết tinh đầu tiên thu được sản phẩm vô định hình hoặc hỗn hợp phức của các biến thể tinh thể khác nhau, rất khó xử lý và độ ổn định của chúng đối với sự thay đổi pha không kiểm soát là không thỏa mãn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đáng ngạc nhiên phát hiện ra rằng bằng cách sử dụng các điều kiện kết tinh thích hợp, có thể điều chế được biến thể tinh thể, ổn định của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion, mà không có các nhược điểm của hợp chất benzoxazinon I ở dạng vô định hình. Dưới đây, dạng tinh thể này được mô tả và được đề cập là dạng A.

Ngoài ra, dạng tinh thể A theo sáng chế dễ dàng xử lý hơn dạng vô định đã biết của benzoxazinon I, vì trong quá trình điều chế, chúng được tạo ra ở dạng tinh thể riêng biệt. So với hỗn hợp các biến thể tinh thể khác nhau của benzoxazinon I, dạng tinh khiết A có độ ổn định gia tăng liên quan đến sự chuyển hóa thành biến thể khác. Thuật ngữ “dạng tinh khiết A” cần được hiểu là tỷ lệ của dạng A, tính theo tổng

lượng benzoxazinon I, ít nhất là 90% khối lượng và cụ thể ít nhất là 95% khối lượng.

Do vậy, mục đích thứ nhất của sáng chế đề xuất dạng tinh thể A của benzoxazinon I. Ngoài ra, một đối tượng là benzoxazinon I, ít nhất là 90% khối lượng cụ thể là ít nhất là 95% chứa dạng tinh thể A.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dạng A theo sáng chế có thể được nhận diện bằng nhiễu xạ bột tia X dựa trên biểu đồ nhiễu xạ của nó. Biểu đồ nhiễu xạ tia X trên mẫu bột của dạng A được ghi bằng cách sử dụng bức xạ Cu-K α (1,54178Å) ở nhiệt độ 25°C thể hiện ít nhất là 3, thường ít nhất là 5, cụ thể là ít nhất là 7, và đặc biệt là tất cả các phản xạ được thể hiện trong bảng sau là giá trị 2 θ hoặc là khoảng cách giữa các mặt d:

Giá trị 2 θ	d [Å]
8,6 $\pm$ 0,2°	10,28
10,9 $\pm$ 0,2°	8,16
12,9 $\pm$ 0,2°	6,86
13,4 $\pm$ 0,2°	6,63
14,0 $\pm$ 0,2°	6,33
14,4 $\pm$ 0,2°	6,14
15,5 $\pm$ 0,2°	5,72
16,9 $\pm$ 0,2°	5,25
18,2 $\pm$ 0,2°	4,88
20,5 $\pm$ 0,2°	4,33

Các nghiên cứu trên tinh thể đơn của dạng A chứng minh rằng cấu trúc tinh thể cơ bản là hệ thoi. Ô đơn vị có nhóm không gian Pna2(1). Số liệu đặc trưng của cấu trúc tinh thể của dạng A (được xác định ở nhiệt độ -173°C) được đưa ra trong bảng sau.

Các đặc trưng tinh thể học của dạng A

Thông số	Dạng A
Hệ tinh thể	Hệ thoi
Nhóm không gian	$Pna2_1$
a	16,0815(4) Å
b	13,1360(3) Å
c	7,9675(2) Å
α	90°
β	90°
γ	90°
Thể tích	1683,11(7) Å ³
Z	4
Tỷ trọng (theo tính toán)	1,63g/cm ³
Hằng số R (%)	2,97

a, b, c = chiều dài của cạnh ô đơn vị

α, β, γ = các góc của ô đơn vị

Z = Số phân tử trong ô đơn vị

Dạng A có biểu đồ nhiệt với đỉnh nóng chảy đặc trưng nằm trong khoảng từ 150 đến 185°C. Nhiệt độ nóng chảy, được xác định là điểm khởi đầu của đỉnh nóng chảy, thường nằm trong khoảng từ 170°C đến 180°C, cụ thể là nằm trong khoảng từ 174 đến 179°C.

Tốt hơn nếu entanpi nóng chảy nằm trong khoảng từ 70 đến 80J/g. Các giá trị được nêu ở đây là các giá trị được xác định bằng phép đo nhiệt lượng vi phân (phép đo nhiệt lượng bằng cách quét vi phân - differential scanning calorimetry: DSC, cốc kín bằng nhôm và có lỗ thông hơi, dòng nitơ 150ml/phút, tốc độ gia nhiệt 5°C/phút).

Việc điều chế dạng A của benzoxazinon I theo sáng chế có thể được thực hiện bằng cách kết tinh từ dung dịch chứa benzoxazinon I trong dung môi hữu cơ thích

hợp. Dung môi thích hợp để kết tinh dạng A từ dung dịch là dung môi hữu cơ được chọn từ C₁-C₃-alkanol, như metanol, etanol, n-propanol hoặc isopropanol, C₁-C₄-dialkylketon, như axeton, mono- hoặc di-C₁-C₄-dialkylbenzen như etylbenzen hoặc xylen, và mono- hoặc diclobenzen.

Việc điều chế dạng A của benzoxazinon I theo sáng chế cũng có thể được thực hiện bằng cách kết tinh từ huyền phù chứa benzoxazinon I trong dung môi hữu cơ thích hợp. Dung môi thích hợp để kết tinh dạng A từ huyền phù là hỗn hợp chứa nước cùng với dung môi hữu cơ có thể trộn với nước được chọn từ C₁-C₃-alkanol, cụ thể là etanol hoặc isopropanol, C₂-C₄-alkandiol, như 1,3-propandiol, C₁-C₄-dialkylketon, như axeton và ete vòng có 4 đến 6 nguyên tử cacbon và 1 hoặc 2 nguyên tử oxy, như tetrahydrofuran và 1,4-dioxan.

Để thu được dạng A của benzoxazinon I, quá trình kết tinh được thực hiện ở nhiệt độ dưới 60°C, cụ thể tối đa là 50°C và tốt hơn, nếu tối đa là 40°C. Tốt hơn, nếu quá trình kết tinh dạng A được thực hiện trong các điều kiện được kiểm soát, tức là điều kiện kết tinh được chọn để đạt được tốc độ kết tinh chậm.

Đối với việc này, trong bước thứ nhất i) dung dịch hoặc huyền phù chứa benzoxazinon I trong một dung môi trong số các dung môi hoặc hỗn hợp dung môi nêu trên được điều chế và sau đó trong bước thứ hai ii) quá trình kết tinh benzoxazinon I được thực hiện ở nhiệt độ dưới 60°C, cụ thể là tối đa là 50°C và tốt hơn nữa là tối đa là 40°C, ví dụ, nằm trong khoảng từ -10 đến 50°C, cụ thể là từ 0 đến 40°C.

Nồng độ của benzoxazinon I trong dung dịch hoặc huyền phù được sử dụng để kết tinh phụ thuộc vào bản chất của dung môi và nhiệt độ hòa tan và thường nằm trong khoảng từ 100 đến 800g/l. Điều kiện thích hợp có thể được xác định bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này bằng các thử nghiệm thông thường.

Tốt hơn là, dung dịch hoặc huyền phù được sử dụng để kết tinh chứa benzoxazinon I có độ tinh khiết ít nhất là 85%, thường ít nhất là 90%, cụ thể là ít nhất là 95%, tức là hàm lượng của tạp chất hữu cơ không phải dung môi hữu cơ

không lớn hơn 15% khối lượng, thường không lớn hơn 10% khối lượng, và cụ thể là không lớn hơn 5% khối lượng, tính theo benzoxazinon I có mặt tan trong dung môi.

Tốt hơn là dung dịch hoặc huyền phù được sử dụng để kết tinh về cơ bản không chứa dung môi ngoài những dung môi đã nêu. Trong bản mô tả này, “về cơ bản không chứa” nghĩa là nồng độ của các dung môi khác trong dung dịch hoặc huyền phù chứa benzoxazinon I không quá 10% khối lượng, thường là 5% khối lượng, tính theo tổng lượng dung môi.

Ví dụ, dung dịch chứa benzoxazinon I có thể được điều chế bằng các phương pháp sau:

- (1) hòa tan benzoxazinon I, tốt hơn là ở dạng khác với dạng A, trong một dung môi trong số các dung môi hữu cơ phân cực nêu trên, hoặc
- (2) điều chế benzoxazinon I bằng phản ứng hóa học và chuyển hỗn hợp phản ứng, nếu cần, sau khi loại bỏ thuốc thử và/hoặc sản phẩm phụ, vào dung môi hữu cơ thích hợp theo sáng chế.

Để điều chế dung dịch này bằng cách hòa tan benzoxazinon I, về cơ bản dạng đã biết bất kỳ của benzoxazinon I có thể được sử dụng. Thông thường, benzoxazinon I vô định hình hoặc hỗn hợp các biến thể tinh thể khác nhau hoặc hỗn hợp benzoxazinon I tinh thể và vô định hình được sử dụng. Cũng thích hợp là dạng tinh thể khác của benzoxazinon I và hỗn hợp của chúng, ví dụ, dạng B nêu dưới đây và dạng C cũng được nêu dưới đây, không theo sáng chế, và hỗn hợp các dạng này cũng như hỗn hợp gồm dạng A cùng với dạng B hoặc dạng C của benzoxazinon I.

Việc hòa tan benzoxazinon I thường được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 100°C, cụ thể là từ 20 đến 60°C.

Dung dịch chứa benzoxazinon I cũng có thể được điều chế bằng cách chuyển hỗn hợp phản ứng thu được bằng phản ứng hóa học, chứa benzoxazinon I, nếu cần, sau khi loại bỏ thuốc thử và/hoặc sản phẩm phụ, vào dung môi hữu cơ thích hợp theo sáng chế. Việc này có thể được thực hiện theo cách thức để phản ứng được thực hiện

trong dung môi hữu cơ hoặc hỗn hợp dung môi chứa ít nhất một phần, tốt hơn ít nhất là 50% khối lượng, dung môi thích hợp đối với quá trình kết tinh và, nếu cần, việc xử lý được thực hiện mà trong quá trình này thuốc thử dư và chất xúc tác bất kỳ có mặt và dung môi không thích hợp bất kỳ có mặt, ví dụ, nước và/hoặc metanol, được loại bỏ. Việc điều chế dung dịch chứa benzoxazinon I bằng phản ứng thích hợp của tiền chất thích hợp của benzoxazinon I có thể được thực hiện bằng phương pháp tương tự với phương pháp được mô tả trong giải pháp đã biết được viện dẫn ở phần đầu, được đưa vào đây bằng cách viện dẫn.

Để điều chế huyền phù chứa benzoxazinon I, về cơ bản dạng bất kỳ đã biết của benzoxazinon I có thể được sử dụng. Dĩ nhiên, trong quá trình điều chế dạng A, thường dạng của benzoxazinon I khác với dạng tinh khiết A. Tuy nhiên, benzoxazinon I có thể được sử dụng ở dạng đã chứa dạng A, nhờ đó có thể thu được dạng A có hàm lượng dạng A cao hơn. Thông thường, benzoxazinon I vô định hình hoặc hỗn hợp gồm các biến thể tinh thể khác nhau hoặc hỗn hợp của benzoxazinon I vô định hình và tinh thể được sử dụng. Cũng thích hợp là các dạng tinh thể khác của benzoxazinon I và hỗn hợp của chúng, ví dụ, dạng B được mô tả dưới đây và dạng C cũng được mô tả dưới đây, không theo sáng chế, và hỗn hợp các dạng này cũng như hỗn hợp gồm dạng A với dạng B và/hoặc dạng C của benzoxazinon I.

Quá trình kết tinh dạng A của benzoxazinon I có thể được thực hiện như sau, ví dụ,

- bằng cách làm lạnh dung dịch hoặc huyền phù chứa benzoxazinon I hòa tan hoặc phân tán,
- bằng cách cô đặc dung dịch hoặc huyền phù chứa benzoxazinon I hòa tan hoặc phân tán, hoặc
- kết hợp các phương pháp nêu trên.

Quá trình kết tinh thường được thực hiện cho đến khi ít nhất là 80% khối lượng, tốt hơn là ít nhất là 90% khối lượng của benzoxazinon I được sử dụng kết tinh.

Nếu quá trình kết tinh dạng A được thực hiện bằng cách làm lạnh, tốc độ làm lạnh tốt hơn là nhỏ hơn $10^{\circ}\text{C}/\text{phút}$.

Quá trình kết tinh dạng A có thể được thúc đẩy hoặc gia tăng bằng cách gây mầm bằng các mầm tinh thể của dạng A, ví dụ, bằng cách bổ sung các mầm tinh thể của dạng A trước hoặc trong quá trình kết tinh.

Nếu các mầm tinh thể được bổ sung trong quá trình kết tinh, hàm lượng của chúng thường nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10% khối lượng, thường từ 0,005 đến 5% khối lượng, cụ thể là từ 0,01 đến 1% khối lượng và đặc biệt là từ 0,05 đến 0,5% khối lượng, tính theo lượng benzoxazinon I hòa tan.

Nếu quá trình kết tinh được thực hiện với sự có mặt của mầm tinh thể dạng A, tốt hơn các mầm tinh thể này chỉ được bổ sung ở nhiệt độ mà ở nhiệt độ này đạt được nồng độ bão hòa của benzoxazinon I trong dung môi, tức là, ở nhiệt độ này hoặc thấp hơn lượng benzoxazinon I hòa tan tạo thành dung dịch bão hòa trong dung môi. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này có thể xác định sự phụ thuộc của nồng độ bão hòa trong dung môi vào nhiệt độ trong các thử nghiệm thông thường.

Việc tách dạng A ra khỏi sản phẩm kết tinh, tức là, tách dạng A khỏi nước cái, được thực hiện bằng các kỹ thuật thông thường để tách các hợp phần rắn ra khỏi chất lỏng, ví dụ, bằng cách lọc, ly tâm hoặc bằng cách lắng gạn. Thông thường, chất rắn đã được tách được rửa, ví dụ, bằng dung môi được sử dụng cho quá trình kết tinh, cùng với nước hoặc cùng với hỗn hợp gồm dung môi hữu cơ được sử dụng cho quá trình kết tinh cùng với nước. Thực hiện việc rửa theo một hoặc nhiều bước, rửa bằng nước thường được sử dụng ở bước rửa cuối. Việc rửa thường được thực hiện ở nhiệt độ dưới 30°C , thường dưới 25°C và cụ thể là dưới 20°C , để sản phẩm có giá trị mất mát ở lượng nhỏ nhất có thể. Sau đó, dạng A thu được có thể được sấy khô và sau đó được xử lý tiếp. Tuy nhiên, thường thu được hoạt chất ẩm sau khi rửa, cụ thể là hoạt chất ẩm chứa nước, được đưa trực tiếp vào quy trình xử lý tiếp theo.

Bằng phương pháp kết tinh theo sáng chế, thu được dạng A với hàm lượng

benzoxazinon I thường ít nhất là 90% khối lượng, thường là 94% khối lượng, cụ thể ít nhất là 96% khối lượng. Hàm lượng của dạng A, tính theo tổng lượng benzoxazinon I, thường ít nhất là 90% và thường ít nhất là 95% hoặc ít nhất là 96%.

Do vậy, phương án cụ thể theo sáng chế đề cập đến 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion, bao gồm ít nhất là 90% khối lượng và thường ít nhất là 95% hoặc ít nhất là 96% dạng tinh thể A.

Dạng tinh thể A có thể được trộn với các dạng khác của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion, ví dụ, dạng B và/hoặc dạng C, mà không làm mất đi các lợi ích thu được từ dạng A. Do vậy, sáng chế cũng đề cập đến hỗn hợp gồm dạng tinh thể A của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion như được mô tả ở đây và 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở dạng khác với dạng A, trong đó tổng hàm lượng của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion trong hỗn hợp này ít nhất là 90% khối lượng, tốt hơn là ít nhất là 94% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp. Hỗn hợp này cũng có thể được sử dụng để điều chế chế phẩm như được mô tả dưới đây và cũng có thể được sử dụng ở chính dạng A. Trong hỗn hợp này, hàm lượng của dạng A thường ít nhất là 50% khối lượng, cụ thể là ít nhất là 60% khối lượng, ví dụ, từ 50 đến 95% khối lượng, cụ thể là từ 60 đến 90% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion có trong hỗn hợp này.

Việc điều chế benzoxazinon I được sử dụng để điều chế dạng A có thể được thực hiện bằng quy trình được mô tả trong WO 2010/145992, được đưa vào đây bằng cách viện dẫn.

Liên quan đến nghiên cứu về sự kết tinh của benzoxazinon I, hai biến thể tinh thể khác B và C được tìm thấy. Trong khi biến thể B có thể được điều chế ở dạng tinh khiết, biến thể C đôi khi thu được ở dạng hỗn hợp với dạng A và B. Dạng B có thể được điều chế một cách ổn định và là một phần của sáng chế khác.

Dạng B có thể được nhận diện bằng nhiễu xạ bột tia X trên cơ sở biểu đồ nhiễu xạ của nó. Biểu đồ nhiễu xạ tia X trên mẫu bột của dạng B được ghi bằng cách sử dụng bức xạ Cu-K α (1,54178Å) ở nhiệt độ 25°C thể hiện ít nhất là 3, thường ít nhất là 5, và đặc biệt là tất cả các nhiễu xạ được thể hiện trong bảng sau là các giá trị 2 θ hoặc khoảng cách giữa các mặt d:

Giá trị 2 θ	d [Å]
9,0 $\pm$ 0,2°	9,85
10,9 $\pm$ 0,2°	8,10
11,5 $\pm$ 0,2°	7,69
12,9 $\pm$ 0,2°	6,87
13,5 $\pm$ 0,2°	6,56
14,9 $\pm$ 0,2°	5,96
16,4 $\pm$ 0,2°	5,42
16,5 $\pm$ 0,2°	5,36
17,5 $\pm$ 0,2°	5,06
20,3 $\pm$ 0,2°	4,39

Dạng B có biểu đồ nhiệt với đỉnh nóng chảy đặc trưng nằm trong khoảng từ 190 đến 220°C. Nhiệt độ nóng chảy, được xác định là điểm bắt đầu của đỉnh nóng chảy, thường nằm trong khoảng từ 200°C đến 210°C, cụ thể là nằm trong khoảng từ 203 đến 208°C.

Entanpi nóng chảy tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 40 J/g. Các giá trị được nêu ở đây có liên quan đến các giá trị được xác định bằng nhiệt lượng vi sai (differential scanning calorimetry: DSC, cốc nắp nhôm và có lỗ thông hơi, dòng nitơ 150ml/phút, tốc độ gia nhiệt 5°C/phút).

Việc điều chế biến thể B về nguyên tắc có thể thực hiện một cách tương tự như đối với việc điều chế biến thể A bằng cách thực hiện quá trình kết tinh ở nhiệt độ lớn hơn 60°C, cụ thể là ở nhiệt độ ít nhất là 80°C hoặc ít nhất là 90°C, ví dụ, từ 80 đến 130°C hoặc từ 90 đến 120°C.

Dạng B có thể thu được, ví dụ, bằng cách kết tinh từ dung dịch hoặc huyền phù chứa benzoxazinon I trong toluen ở nhiệt độ ít nhất là 80°C hoặc ít nhất là 90°C, ví dụ, từ 80 đến 130°C hoặc từ 90 đến 120°C. Ngoài ra, việc kết tinh từ dung dịch chứa benzoxazinon I để thu được dạng B có thể được thực hiện một cách tương tự như đối với quá trình kết tinh dạng A, cụ thể là về quá trình điều chế dung dịch, cô đặc và các phương pháp kết tinh, miễn là quá trình kết tinh được thực hiện trong khoảng nhiệt độ nêu trên.

Dạng B có thể thu được, ví dụ, bằng cách kết tinh từ huyền phù chứa benzoxazinon I trong hỗn hợp gồm nước và dung môi trộn lẫn với nước được, được chọn từ C₁-C₃-alkanol, cụ thể là metanol hoặc isopropanol, C₂-C₄-alkandiol, như 1,3-propandiol, C₁-C₄-dialkylketon, như axeton và ete vòng tốt hơn là có 4 đến 6 nguyên tử cacbon và 1 hoặc 2 nguyên tử oxy như tetrahydrofuran và 1,4-dioxan ở nhiệt độ ít nhất là 80°C hoặc ít nhất là 90°C, ví dụ, từ 80 đến 130°C hoặc từ 90 đến 120°C. Ngoài ra, quá trình kết tinh từ huyền phù chứa benzoxazinon I để thu được dạng B có thể được thực hiện theo cách tương tự như đối với quá trình kết tinh dạng A, cụ thể là liên quan đến quá trình điều chế huyền phù, cô đặc và phương pháp kết tinh, miễn là quá trình kết tinh được thực hiện trong khoảng nhiệt độ nêu trên.

Dạng tinh khiết B cũng được điều chế bằng cách gia nhiệt benzoxazinon I tinh thể, ví dụ, dạng A của benzoxazinon I hoặc hỗn hợp gồm các dạng A + B + C đến nhiệt độ ít nhất là 160°C, cụ thể là ít nhất là 170°C, ví dụ, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160°C đến 210°C hoặc nằm trong khoảng từ 170 đến 200°C.

Bằng cách kết tinh, dạng B có thể thu được với hàm lượng benzoxazinon I ít nhất là 90% khối lượng, thường là 94% khối lượng, cụ thể ít nhất là 96% khối lượng. Hàm lượng của dạng B, tính theo tổng lượng benzoxazinon I, thông thường ít nhất là

90% và thông thường ít nhất là 95% hoặc ít nhất là 96%.

Trong hỗn hợp gồm các dạng A, B và C, dạng C có thể được xác định bằng nhiễu xạ bột tia X trên cơ sở biểu đồ nhiễu xạ của nó. Biểu đồ nhiễu xạ tia X trên mẫu bột được ghi bằng cách sử dụng bức xạ Cu-K α (1.54178 Å) ở 25°C thể hiện ít nhất là 3, thường ít nhất là 5, và đặc biệt là tất cả các nhiễu xạ được nêu trong bảng sau là các giá trị 2 θ hoặc khoảng cách giữa các mặt d:

Giá trị 2 θ	d [Å]
7,6 $\pm$ 0,2°	11,64
9,6 $\pm$ 0,2°	9,17
11,8 $\pm$ 0,2°	7,48
12,4 $\pm$ 0,2°	7,11
15,2 $\pm$ 0,2°	5,81
15,9 $\pm$ 0,2°	5,57
16,1 $\pm$ 0,2°	5,52
19,1 $\pm$ 0,2°	4,64

Các minh họa và ví dụ sau được sử dụng để minh họa sáng chế và không dự định là giới hạn.

Fig.1 thể hiện biểu đồ nhiễu xạ tia X trên mẫu bột của dạng A. Biểu đồ nhiễu xạ tia X của dạng A được ghi bằng cách sử dụng nhiễu xạ kế Panalytical X'Pert Pro (nhà sản xuất: Panalytical) với hình học phản xạ nằm trong khoảng từ 2 θ = 3°-35° với số gia là 0,0167° bằng cách sử dụng bức xạ Cu-K α (ở 25°C). Các giá trị 2 θ ghi được được sử dụng để tính toán khoảng cách giữa các mặt d đã nêu. Cường độ của đỉnh (trục y: số đếm cường độ tuyến tính) được lập đồ thị tương ứng với góc 2 θ (trục x: 2 θ độ).

Fig. 2 thể hiện biểu đồ nhiễu xạ tia X trên mẫu bột của dạng B. Biểu đồ nhiễu xạ tia X được ghi trong các điều kiện được nêu đối với Fig. 1.

Fig. 3 thể hiện biểu đồ nhiễu xạ tia X trên mẫu bột của hỗn hợp gồm dạng A +

B + C. Biểu đồ nhiễu xạ tia X được ghi trong các điều kiện được nêu đối với Fig. 1.

Số liệu nhiễu xạ tia X tinh thể đơn của dạng A được thu thập trên thiết bị phát hiện Bruker AXS CCD bằng cách sử dụng bức xạ graphit Cu-K α (ở nhiệt độ - 173°C). Cấu trúc được phân tích bằng cách sử dụng phương pháp trực tiếp, tinh chỉnh và khai triển bằng cách sử dụng kỹ thuật Fourier với gói phần mềm SHELX (G. M. Sheldrick, SHELX-97, University of Göttingen, 1997). Sự hiệu chỉnh độ hấp thụ được thực hiện bằng phần mềm SADABS.

DSC được thực hiện trên modul Mettler Toledo DSC 822e. Các mẫu được đặt trong chảo nhôm được rạch khía và có lỗ thông hơi. Cỡ mẫu trong mỗi trường hợp nằm trong khoảng từ 5 đến 10mg. Chế độ nhiệt được phân tích nằm trong khoảng từ 30 đến 250°C. Tốc độ gia nhiệt là 5°C/phút. Mẫu được làm sạch bằng dòng nitơ 150ml/ trong quá trình thử nghiệm. Nhiệt độ nóng chảy được xác định bằng máy Mettler Hot Stage cùng với kính hiển vi ánh sáng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Điều chế dạng A của benzoxazinon I bằng cách kết tinh từ dung dịch trong dung môi hữu cơ kết hợp với làm bay hơi

Ví dụ 1 đến 10

Hòa tan 50mg benzoxazinon I trong 2-3ml dung môi tương ứng trong bình thử nghiệm. Bình thử nghiệm được đặt trong nhà kính và cho dòng nitơ (5l/phút) đi qua trên bề mặt của dung môi. Theo cách này, benzoxazinon I thu được ở dạng que tinh thể nhỏ, được tách và phân tích bằng nhiễu xạ tia X trên mẫu bột (XRPD). Trên cơ sở các phản xạ đặc trưng, dạng A được xác định.

Bảng 1

Ví dụ	Dung môi	Dạng	Dạng tinh thể
1	etylbenzen	A	Các que nhỏ
2	diclobenzen	A	các que nhỏ

Ví dụ	Dung môi	Dạng	Dạng tinh thể
3	clobenzen	A	các que nhỏ
4	p-xylen	A	các que nhỏ
5	axeton	A	các que nhỏ
6	Metyletylketon	A	các que nhỏ
7	Metylbutylketon	A	các que nhỏ
8	Metanol	A	các que nhỏ
9	Etanol	A	các que nhỏ
10	Isopropanol	A	các que nhỏ

Điều chế dạng A của benzoxazinon I bằng cách kết tinh từ huyền phù đặc trong hỗn hợp gồm nước và dung môi hữu cơ

Ví dụ 11

Hỗn hợp gồm dạng A và B của benzoxazinon I, thu được từ ví dụ so sánh 1 (500mg) được tạo huyền phù trong 3ml hỗn hợp gồm nước và Etanol (theo tỷ lệ 1:1 thể tích/thể tích) và khuấy huyền phù này trong 48 giờ ở nhiệt độ 23°C. Thu được huyền phù chứa tinh thể, lọc và phân tích bằng XRPD và DSC. Nguyên liệu thu được là dạng tinh khiết A của benzoxazinon I.

Ví dụ 12

Dạng B của benzoxazinon I, thu được từ ví dụ 16 (500mg) được tạo huyền phù trong 3ml hỗn hợp gồm nước và tetrahydrofuran (theo tỷ lệ 1:1 thể tích/thể tích) và khuấy huyền phù đặc này trong 48 giờ ở nhiệt độ 23°C. Thu được huyền phù đặc chứa nguyên liệu tinh thể, được lọc và phân tích bằng XRPD và DSC. Nguyên liệu thu được là dạng tinh khiết A của benzoxazinon I.

Ví dụ 13

Hỗn hợp gồm dạng A và B của benzoxazinon I, thu được từ ví dụ so sánh 1

(500mg) được tạo huyền phù trong 3ml hỗn hợp gồm toluen và khuấy huyền phù đặc này trong 48 giờ ở nhiệt độ 23°C. Thu được huyền phù đặc chứa nguyên liệu tinh thể, được lọc và phân tích bằng XRPD và DSC. Nguyên liệu thu được là dạng tinh khiết A của benzoxazinon I.

Ví dụ 14

Hỗn hợp gồm dạng A và B của benzoxazinon I, thu được từ ví dụ so sánh 1 (500mg) được tạo huyền phù trong 3ml hỗn hợp gồm nước và 1,3-propandiol (theo tỷ lệ 1:1 thể tích/thể tích) và khuấy huyền phù đặc này trong 48 giờ ở nhiệt độ 23°C. Thu được huyền phù đặc chứa nguyên liệu tinh thể, được lọc và phân tích bằng XRPD và DSC. Nguyên liệu thu được là dạng tinh khiết A của benzoxazinon I.

Điều chế dạng B của benzoxazinon I bằng cách kết tinh từ huyền phù đặc trong hỗn hợp gồm nước và dung môi hữu cơ

Ví dụ 15 (không theo sáng chế):

Dạng A của benzoxazinon I, thu được từ ví dụ 12 (500mg) được tạo huyền phù trong 3ml hỗn hợp gồm nước và etanol (theo tỷ lệ 1:1 thể tích/thể tích) và khuấy huyền phù đặc này trong 48 giờ ở nhiệt độ 90°C. Thu được huyền phù đặc chứa nguyên liệu tinh thể, được lọc và phân tích bằng XRPD và DSC. Nguyên liệu thu được là dạng tinh khiết B của benzoxazinon I.

Ví dụ 16 (không theo sáng chế)

Hỗn hợp gồm dạng A và B của benzoxazinon I, thu được từ ví dụ so sánh 1 (500 mg) được tạo huyền phù trong 3ml hỗn hợp gồm nước và 1,3-propandiol (theo tỷ lệ 1:1 thể tích/thể tích) và huyền phù đặc này được khuấy trong 48 giờ ở nhiệt độ 90°C. Thu được huyền phù đặc chứa nguyên liệu tinh thể, được lọc và phân tích bằng PXRD và DSC. Nguyên liệu thu được là dạng tinh khiết B của benzoxazinon I.

Điều chế dạng B của benzoxazinon I bằng cách kết tinh từ dung dịch trong dung môi hữu cơ kết hợp với làm bay hơi

Ví dụ 17 (không theo sáng chế)

Hòa tan benzoxazinon I với lượng 50mg trong 2-3ml toluen trong bình thử nghiệm. Bình thử nghiệm được đặt trong nhà kính và được gia nhiệt đến 95°C và cho dòng nitơ (5l/phút) đi qua trên bề mặt của dung môi. Theo cách thức này, thu được benzoxazinon I ở dạng tấm tinh thể nhỏ, được tách và phân tích bằng nhiễu xạ tia X trên mẫu bột (XRPD). Dựa vào các phản xạ đặc trưng, dạng B được xác định.

Điều chế dạng B của benzoxazinon I bằng cách gia nhiệt dạng A

Ví dụ 18 (không theo sáng chế)

Dạng A của benzoxazinon I với lượng 500mg, thu được từ ví dụ 12 được cho vào bình hồ. Thổi nitơ vào bình này và đóng kín và sau đó được gia nhiệt đến 180°C trong 2 giờ. Nguyên liệu thu được được tách và phân tích bằng nhiễu xạ tia X trên mẫu bột (XRPD). Dựa vào các phản xạ đặc trưng, dạng B được xác định.

Điều chế hỗn hợp gồm dạng A và B của benzoxazinon I

Ví dụ so sánh 1

Hòa tan 50mg benzoxazinon I trong 2-3ml dung môi tương ứng (ví dụ, 1-butanol, isobutanol) trong bình thử nghiệm. Bình thử nghiệm được đặt trong nhà kính và được gia nhiệt đến nhiệt độ 90°C. Cho dòng nitơ (5l/phút) đi qua trên bề mặt của dung môi. Theo cách này, thu được benzoxazinon I ở dạng que tinh thể nhỏ, được tách và phân tích bằng nhiễu xạ tia X trên mẫu bột (XRPD). Dựa vào các phản xạ đặc trưng, hỗn hợp gồm dạng A và B được xác định.

Giống với benzoxazinon I vô định hình đã biết, dạng A của benzoxazinon I cũng như hỗn hợp gồm dạng A với dạng khác của benzoxazinon I thích hợp làm chất diệt cỏ, tuy nhiên dạng này tốt hơn nhờ các đặc tính xử lý và điều chế của nó. Sáng chế cũng đề cập đến thuốc bảo vệ thực vật chứa dạng tinh thể A và chất phụ gia

thông thường để điều chế thuốc bảo vệ thực vật, cụ thể là thuốc bảo vệ thực vật ở dạng huyền phù đặc chứa nước (còn gọi là SC) hoặc huyền phù đặc không chứa nước (còn gọi là OD), và thuốc bảo vệ thực vật ở dạng bột (còn gọi là WP) và hạt (còn gọi là WG) có thể phân tán trong nước. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình ngăn chặn sự phát triển của thực vật không mong muốn, khác biệt ở chỗ, dạng A của benzoxazinon I, tốt hơn là ở dạng chế phẩm thích hợp, được sử dụng cho thực vật, môi trường của chúng và/hoặc cho hạt. Sáng chế cũng đề cập đến thuốc bảo vệ thực vật chứa hỗn hợp gồm dạng tinh thể A với ít nhất một dạng khác của benzoxazinon I và chất phụ gia thường để điều chế thuốc bảo vệ thực vật, cụ thể là thuốc bảo vệ thực vật ở dạng huyền phù đặc chứa nước (còn gọi là SC) hoặc huyền phù đặc không chứa nước (còn gọi là OD), và thuốc bảo vệ thực vật ở dạng bột (còn gọi là WP) và hạt (còn gọi là WG) có thể phân tán trong nước. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình ngăn chặn sự phát triển của thực vật không mong muốn, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp này gồm dạng A của benzoxazinon I với ít nhất một dạng khác của benzoxazinon I, tốt hơn là ở dạng chế phẩm thích hợp, được sử dụng cho thực vật, môi trường của chúng và/hoặc cho hạt. Phần mô tả dưới đây đề cập đến dạng A của benzoxazinon I cũng áp dụng cho hỗn hợp gồm dạng A với các dạng khác của benzoxazinon I.

Thuốc bảo vệ thực vật chứa dạng A của benzoxazinon I ức chế rất tốt sự phát triển của thực vật, cụ thể là loài cỏ dại một lá mầm như *Avena*, *Lolium*, *Alopecurus*, *Phalaris*, *Echinochloa*, *Digitaria*, *Setaria*, loài củ gấu, *Agropyron*, *Cynodon*, *Imparato* và *Sorghum*, và loài cỏ dại hai lá mầm như chi *Galium*, *Viola*, *Veronica*, chi *Lamium*, *Stellaria*, *Amaranthus*, *Sinapsis*, *Ipomoea*, *Matricaria*, *Abutilon*, *Sida*, *Convolvulus*, *Cirsium*, *Rumex* và *Artemisia* trên diện tích không canh tác, cụ thể ở hàm lượng sử dụng cao. Ở các cây trồng như lúa mì, lúa mạch, lúa mạch đen, gạo, ngô, củ cải đường, đậu nành và cây bông, chúng có hoạt tính chống lại cỏ dại và cỏ độc, mà không gây ảnh hưởng đáng kể đến cây trồng. Tác dụng này xảy ra ở tất cả các cây trồng với hàm lượng sử dụng thấp.

Tùy thuộc vào phương pháp sử dụng cụ thể, dạng A của benzoxazinon I hoặc thuốc bảo vệ thực vật chứa chúng cũng có thể được sử dụng ở một số cây trồng khác để loại bỏ các thực vật không mong muốn. Các cây trồng có thể được sử dụng, ví dụ,

bao gồm các cây sau:

Cây hành tây, cây dứa, cây lạc, cây măng tây, cây yến mạch, cây *Beta vulgaris* spec. altissima, cây *Beta vulgaris* spec. rapa, cây *Brassica napus* var. napus, củ cải Thụy Điển, cây *Brassica rapa* var. silvestris, cây cải bắp đại, cây *Brassica nigra*, cây chè, cây hồng hoa, cây *Carya illinoensis*, cây chanh tây, cây cam, cây cà phê chè (cà phê vối, cà phê mít), cây dưa chuột, cây cò gà, cây cà rốt đại, cây cò dầu châu Phi, cây dâu tây đại, đậu tương, cây bông, (cây bông châu Á, cây bông vải, cây *Gossypium vitifolium*), cây hướng dương, cây cao su, cây đại mạch, cây hoa bia, cây khoai lang, cây hồ đào, cây đậu lăng, cây lanh, cây cà chua, cây *Malus spec.*, cây sắn, củ linh lăng, *Musa spec.*, cây thuốc lá (*N. rustica*), cây ô liu, cây lúa tẻ, cây đậu cô ve, cây đậu tây, cây thông vân sam châu Âu, cây *Pinus spec.*, cây hồ trăn, cây đậu Hà lan, cây mơ, cây anh đào đại, cây anh đào, cây hạnh đào, cây mận châu Âu, cây đào, cây lê, cây lý chua đồng rừng, cây thầu dầu, cây mía, cây lúa mạch đen, cây mù tạt trắng, cây khoai tây, cây cao lương, cây ca cao, cây cỏ ba lá hoa đỏ, cây lúa mì lai lúa mạch đen, cây lúa mì thông thường, cây lúa mì cứng, cây đậu răng ngựa, cây nho thường và cây ngô.

Ngoài ra, dạng A của benzoxazinon I hoặc thuốc bảo vệ thực vật chứa dạng A cũng có thể được sử dụng ở các cây trồng mà qua nhân giống kể cả phương pháp biến đổi gen có khả năng chịu được tác dụng của thuốc diệt cỏ.

Ngoài ra, dạng A của benzoxazinon I hoặc thuốc bảo vệ thực vật chứa dạng A cũng có thể được sử dụng ở các cây trồng mà qua nhân giống kể cả phương pháp biến đổi gen có khả năng chịu được sự tấn công của côn trùng hoặc nấm.

Dạng A của benzoxazinon I cũng thích hợp giống như benzoxazinon vô định hình đã biết đối với việc làm rụng lá và làm khô các phần của thực vật, ví dụ, cây trồng như cây bông, khoai tây, cây cải dầu, cây hướng dương, đậu nành hoặc đậu răng ngựa, đặc biệt là cây bông. Do vậy, các phương án của sáng chế cũng đề cập đến thuốc để làm khô và/hoặc làm rụng lá, quy trình điều chế các thuốc này và phương pháp làm khô và/hoặc làm rụng lá của thực vật bằng cách sử dụng dạng A

của benzoxazinon I.

Dạng A của benzoxazinon I đặc biệt thích hợp làm chất làm khô để làm khô các phần trên mặt đất của cây trồng như khoai tây, cây cải dầu, cây hướng dương và cây đậu nành cũng như cây ngũ cốc. Việc này giúp cho việc thu hoạch các cây trồng quan trọng này được thực hiện hoàn toàn bằng máy móc.

Cũng được đặc biệt quan tâm là việc tạo điều kiện thuận lợi cho quá trình thu hoạch có thể thực hiện được bằng cách hạ đột ngột theo thời gian hoặc giảm mức độ bám vào cây có quả họ cam, oliu hoặc các loài và các giống khác của quả táo, quả hạch và quả bóc vỏ. Cơ chế giống như vậy, tức là thúc đẩy sự tạo thành tách mô giữa quả hoặc lá và chồi non của thực vật cũng có ý nghĩa đối với sự rụng lá được kiểm soát tốt các cây trồng hữu ích, đặc biệt là cây bông.

Ngoài ra, việc rút ngắn khoảng thời gian các cây bông riêng biệt chín làm cho chất lượng sợi sau khi thu hoạch cao hơn.

Dạng A của benzoxazinon I hoặc thuốc bảo vệ thực vật chứa chúng, ví dụ, có thể được sử dụng ở dạng dung dịch nước, bột, huyền phù phun trực tiếp được và cũng như ở dạng huyền phù đặc trong nước, dầu hoặc huyền phù khác, huyền phù dầu, hỗn hợp nhão, chất tạo bụi, chất phân tán hoặc hạt bằng cách phun, tạo sương, tạo bụi, rắc hoặc rót. Dạng sử dụng được xác định theo mục đích sử dụng; trong mỗi trường hợp, cần đảm bảo sự phân phối mịn nhất có thể có của hoạt chất theo sáng chế.

Thuốc bảo vệ thực vật theo sáng chế chứa dạng A của benzoxazinon I có độ tinh khiết, dựa trên sự cải biến đã nêu, ít nhất là 90% khối lượng, và chất phụ gia và/hoặc chất mang thông thường để điều chế thuốc bảo vệ thực vật. Trong thuốc bảo vệ thực vật này, lượng hoạt chất, tức là tổng lượng benzoxazinon I và các hoạt chất khác, nếu cần, thường nằm trong khoảng từ 1 đến 98% khối lượng, cụ thể là nằm trong khoảng từ 10 đến 95% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của thuốc bảo vệ thực vật.

Tất cả các chất rắn và chất lỏng thường được sử dụng làm chất mang trong thuốc bảo vệ thực vật, cụ thể là trong chế phẩm diệt cỏ có thể làm chất mang.

Chất mang rắn, ví dụ, khoáng vật đất như axit silixic, silicagel, silicat, bột talc, kaolin, đá vôi, vôi, đá phấn, đất chứa sắt oxit, hoàng thổ, đất sét, dolomit, diatomit, canxi và magie sulfat, magie oxit, chất dẻo đã được nghiền, phân bón như amoni sulfat, amoni phosphat, amoni nitrat, urê và các sản phẩm từ thực vật như bột ngũ cốc, vỏ cây, bột gỗ và bột vỏ quả hạch, bột xenluloza và chất mang rắn khác.

Chất mang lỏng, cũng như nước, cũng là chất lỏng hữu cơ, ví dụ, các phần dầu khoáng có nhiệt độ sôi từ trung bình đến cao như kerosen và dầu diezen, cũng là dầu nhựa than đá và dầu có nguồn gốc thực vật hoặc động vật, hydrocacbon béo, vòng và thơm, ví dụ, parafin, tetrahydronaphtalen, naphtalen đã được alkyl hóa và dẫn xuất của chúng, benzen đã được alkyl hóa và dẫn xuất của chúng, bao gồm hỗn hợp hydrocacbon thơm và không thơm, ví dụ, các sản phẩm được bán với tên thương mại là Exxsol và Solvesso, rượu như propanol, butanol và xyclohexanol, keton như xyclohexanon, và dung môi phân cực mạnh, ví dụ, amit như N-metyl-pyrolidon.

Chất phụ gia điển hình bao gồm chất hoạt động bề mặt, cụ thể là chất làm ướt, chất nhũ hóa và chất phân tán (chất phụ gia) thường được sử dụng trong thuốc bảo vệ thực vật, và cũng như chất phụ gia cải biến độ nhớt (chất làm đặc và chất cải biến lưu biến), chất chống tạo bọt, chất chống đông, chất điều chỉnh độ pH, chất ổn định, chất chống đóng bánh và bioxit (chất bảo quản).

Tốt hơn, nếu chất hoạt động bề mặt có thể là chất hoạt động bề mặt anion và không ion. Keo bảo vệ cũng là chất hoạt động bề mặt thích hợp.

Lượng chất hoạt động bề mặt thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 50% khối lượng, cụ thể là 0,5 đến 30% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của thuốc bảo vệ thực vật theo sáng chế, hoặc từ 0,5 đến 100% khối lượng, tính theo tổng lượng hoạt chất rắn trong chế phẩm. Tốt hơn là, chất hoạt động bề mặt bao gồm ít nhất là một chất hoạt động bề mặt anion và ít nhất một chất hoạt động bề mặt không ion, và tỷ lệ của chất hoạt động bề mặt anion và không ion thường nằm trong khoảng từ 10:1 đến

1:10.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt không anion bao gồm alkyl aryl-sulfonat, sulfonat thơm, ví dụ, ligninsulfonat (loại Borresperse, Borregaard), phenylsulfonat, naphthalensulfonat (loại Morwet, Akzo Nobel), dibutyl naphthalensulfonat (loại Nekal, BASF), alkyl sulfat, cụ thể là sulfat của rượu béo, lauryl sulfat, và hexadeca-, heptadeca- và octadecanol được sulfat hóa, alkylsulfonat, sulfat của ete alkyl, cụ thể là sulfat của ete của rượu béo (poly)glycol, sulfat của ete alkyl aryl, phosphat của ete alkyl polyglycol, phosphat của ete polyarylphenyl, alkyl-sulfosuccinat, olefin sulfonat, parafin sulfonat, sulfonat dầu mỏ, taurit, sarcosit, axit béo, axit alkyl naphthalensulfonic, axit naphthalen-sulfonic, axit ligninsulfonic, sản phẩm ngưng tụ của naphthalen được sulfon hóa với formaldehyt, sản phẩm ngưng tụ của naphthalen được sulfon hóa với formaldehyt và phenol và tùy ý urê và sản phẩm ngưng tụ của axit phenolsulfonic với formaldehyt và urê, nước thải lignin sulfit, alkyl phosphat, alkyl aryl phosphat, ví dụ, tristyryl phosphat, và polycarboxylat như ví dụ, polyacrylat, maleic anhydrit/olefin copolyme (ví dụ, Sokalan® CP9, BASF), kể cả muối kim loại kiềm, kiềm thổ, amoni và muối amin của các chất nêu trên. Chất hoạt động bề mặt anion được ưu tiên là chất mang ít nhất một nhóm sulfonat và cụ thể là muối kim loại kiềm và muối amoni của chúng.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion là alkylphenol alkoxyat, cụ thể là etoxyat và etoxyat-copropoxyat của octylphenol, isooctylphenol, nonylphenol và tributylphenol, di- và tristyrylphenol alkoxyat, alkoxyat của rượu, cụ thể là etoxyat của rượu béo và etoxyat-copropoxyat của rượu béo, ví dụ, isotridecanol được alkoxy hóa, amin alkoxyat béo, polyoxyetylen glyxerol este của axit béo, alkoxyat dầu thầu dầu, alkoxyat của axit béo, amit alkoxyat của axit béo, polydietanolamit của axit béo, lanolin etoxyat, este polyglycol của axit béo, rượu isotridexyl, amit của axit béo được etoxyl hóa, este của axit béo được etoxyl hóa, alkyl polyglycosit, alkyl polyglycosit được etoxyl hóa, este sorbitan của axit béo, este sorbitan của axit béo được etoxyl hóa, este glyxerol của axit béo, polyalkylen oxit khối lượng phân tử thấp như polyetylen glycol, polypropylen oxit, polyetylen oxit co-propylen oxit di- và tri-copolyme khối, và hỗn hợp của chúng. Chất hoạt động bề mặt không ion được ưu

tiên là etoxylat của rượu béo, alkyl polyglycosit, este glyxerol của axit béo, etoxylat của dầu thầu dầu, etoxylat của axit béo, amit etoxylat của axit béo, lanolin etoxylat, este polyglycol của axit béo, copolyme khối etylen oxit propylen oxit và hỗn hợp của chúng.

Chất keo bảo vệ thường tan trong nước, polyme amphiphil không giống như chất hoạt động bề mặt thường có khối lượng phân tử lớn hơn 2.000 dalton (trung bình số học). Ví dụ của chúng là protein và protein biến tính như casein, polysacarit như dẫn xuất tinh bột tan trong nước và dẫn xuất xenluloza, tinh bột được cải biến có tính kỵ nước và xenluloza, ví dụ, metylxenluloza, và cũng là polycarboxylat như axit polyacrylic, copolyme của axit acrylic và copolyme của axit maleic (loại BASF Sokalan), rượu polyvinyl (loại Mowiol mua từ Clariant), polyalkoxylat, polyvinylpyrrolidon, copolyme vinylpyrrolidon, polyvinyl amin, polyetylenimin (loại Lupasol mua từ BASF) và polyalkylen oxit có khối lượng phân tử cao như polyetylen glycol, polypropylen oxit, và polyetylen oxit co-polypropylen oxit di- và tri- copolyme khối.

Thuốc bảo vệ thực vật theo sáng chế cũng có thể chứa một hoặc nhiều chất phụ gia cải biến độ nhớt (chất cải biến lưu biến). Các chất này được hiểu một cách cụ thể là chất hoặc hỗn hợp các chất có tác dụng làm thay đổi đặc tính chảy của chế phẩm, ví dụ, độ nhớt cao ở trạng thái tĩnh và độ nhớt thấp ở trạng thái động. Bản chất của chất cải biến lưu biến được xác định bởi bản chất của chế phẩm. Ví dụ về chất cải biến lưu biến, chất vô cơ, ví dụ, lớp silicat và lớp silicat được cải biến về mặt hữu cơ như bentonit hoặc atapulgit (ví dụ, Attaclay[®], Engelhardt Co.), và chất hữu cơ như polysacarit và heteropolysacarit như Xanthan Gum[®] (Kelzan[®] mua từ Kelco Co.), Rhodopol[®] 23 (Rhône Poulenc) hoặc Veegum[®] (R.T. Vanderbilt Co.) được đề cập. Hàm lượng của chất phụ gia làm cải biến độ nhớt thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của thuốc bảo vệ thực vật.

Ví dụ về chất chống tạo bọt là nhũ tương silicon đã được biết đến với mục đích này (Silikon[®] SRE, Wacker Co. hoặc Rhodorsil[®] mua từ Rhodia Co.), rượu mạch dài, axit béo và muối của chúng, chất chống tạo bọt loại phân tán sáp trong nước,

chất chống tạo bọt rắn (còn gọi là Hợp chất) và hợp chất hữu cơ flo và hỗn hợp của chúng. Hàm lượng của chất chống tạo bọt thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của thuốc bảo vệ thực vật.

Thuốc bảo vệ thực vật theo sáng chế cũng có thể chứa chất bảo quản để làm ổn định. Chất bảo quản thích hợp có gốc isothiazol-on, ví dụ, Proxel® mua từ ICI Co., hoặc Acticide® mua từ Thor Chemie Co. hoặc Kathon® MK mua từ Rohm & Hass Co. Hàm lượng của chất bảo quản thường nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của SC.

Thuốc bảo vệ thực vật nước, tức là thuốc có chất mang nước, thường chứa chất chống đông. Chất chống đông thích hợp là polyol lỏng, ví dụ, etylen glycol, propylen glycol hoặc glyxerin, và urê. Hàm lượng của chất chống đông lạnh thường nằm trong khoảng từ 1 đến 20% khối lượng, cụ thể là từ 5 đến 10% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của chất bảo vệ thực vật chứa nước.

Nếu thuốc bảo vệ thực vật chứa biến thể tinh thể A của benzoxazinon I được sử dụng để xử lý hạt, chúng có thể chứa các hợp phần thông thường như được sử dụng để xử lý hạt, ví dụ, trong quá trình bao hoặc phủ. Ngoài các hợp phần nêu trên, các hợp phần này bao gồm chất màu, chất kết dính, chất độn và chất dẻo hóa.

Tất cả các thuốc nhuộm và chất màu thường được sử dụng cho các mục đích này có thể là chất màu. Cả chất màu tan ít trong nước lẫn chất màu tan trong nước có thể được sử dụng ở đây. Ví dụ, thuốc nhuộm và chất màu đã biết có tên Rhodamin B, C.I. Pigment Red 112 và C.I. Solvent Red 1, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 80, Pigment Yellow 1, Pigment Yellow 13, Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:1, Pigment Red 57:1, Pigment Red 53:1, Pigment Orange 43, Pigment Orange 34, Pigment Orange 5, Pigment Green 36, Pigment Green 7, Pigment White 6, Pigment Brown 25, Basic Violet 10, Basic Violet 49, Acid Red 51, Acid Red 52, Acid Red 14, Acid Blue 9, Acid Yellow 23, Basic Red 10, Basic Red 10 và Basic Red 108 có thể được kể đến. Lượng chất màu thường không chiếm nhiều hơn 20% khối lượng chế phẩm và tốt

hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của chế phẩm.

Tất cả các chất kết dính thường được sử dụng trong quá trình bao đều được xem xét làm chất kết dính. Ví dụ về chất kết dính thích hợp bao gồm polyme dẻo nhiệt như poly-vinylpyrrolidon, polyvinyl axetat, rượu polyvinyl và tyloza và cũng như polyacrylat, polymetacrylat, polybuten, polyisobuten, polystyren, polyetylen amin, polyetylen amit, keo bảo vệ nêu trên, polyeste, polyete este, polyanhydrit, polyeste uretan, polyeste amit, polysacarit dẻo nhiệt, ví dụ, dẫn xuất xenluloza như xenluloza este, ete xenluloza, este của ete xenluloza, bao gồm metylxenluloza, etylxenluloza, hydroxymetylxenluloza, carboxymetylxenluloza, hydroxypropyl xenluloza và dẫn xuất tinh bột và tinh bột được cải biến, dextrin, maltodextrin, alginat và chitosan, và chất béo, dầu, protein, bao gồm casein, gelatin và zein, gồm Arabic và shelac. Tốt hơn, nếu chất kết dính tương thích với thực vật, tức là chúng không có hoặc có không đáng kể độc tính đối với thực vật. Tốt hơn, nếu chất kết dính có thể phân hủy sinh học được. Tốt hơn, nếu chất kết dính được chọn sao cho nó có vai trò như nền cho hoạt chất của chế phẩm. Lượng chất kết dính thường chiếm không quá 40% khối lượng của chế phẩm và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 40% khối lượng và cụ thể là nằm trong khoảng từ 5 đến 30% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng chế phẩm.

Ngoài chất kết dính, chế phẩm để xử lý hạt giống cũng có thể chứa chất độn trơ. Ví dụ về các chất này là chất mang rắn nêu trên, cụ thể là nguyên liệu vô cơ được nghiền mịn như đất sét, đá phấn, bentonit, kaolin, talc, perlit, mica, silicagel, đất diatomit, bột thạch anh và montmorilonit mà còn bao gồm nguyên liệu hữu cơ hạt mịn như bột gỗ, bột ngũ cốc, than hoạt tính và chất tương tự. Tốt hơn, nếu lượng chất độn được chọn sao cho tổng lượng chất độn không quá 70% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của tất cả các hợp phần không bay hơi. Thông thường, lượng chất độn nằm trong khoảng từ 1 đến 50% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của tất cả các hợp phần không bay hơi.

Ngoài ra, chế phẩm để xử lý hạt còn chứa chất dẻo hóa để làm gia tăng độ dẻo

của lớp phủ. Ví dụ về chất dẻo hóa là oligome polyalkylen glycol, glyxerin, dialkyl phtalat, alkylbenzyl phtalat, glycol benzoat và hợp chất so sánh được. Lượng chất dẻo hóa trong lớp phủ thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của tất cả các hợp phần không bay hơi.

Phương án được ưu tiên theo sáng chế đề cập đến chế phẩm lỏng chứa dạng A của benzoxazinon I. Ngoài pha hoạt chất rắn, chế phẩm này có ít nhất một pha lỏng, trong đó benzoxazinon I có mặt ở dạng A ở dạng hạt mịn phân tán. Pha lỏng có thể có về cơ bản là nước và các dung môi hữu cơ trong đó dạng A chỉ tan ít hoặc không tan, ví dụ, các dung môi trong đó độ hòa tan của dạng A hoặc dạng C ở nhiệt độ 25°C và áp suất 1013 mbar không lớn hơn 1% khối lượng, cụ thể là không lớn hơn 0,1% khối lượng, và đặc biệt là không lớn hơn 0,01% khối lượng.

Theo phương án thứ nhất được ưu tiên, pha lỏng được chọn từ nước và dung môi chứa nước, tức là hỗn hợp dung môi mà ngoài nước còn chứa một hoặc nhiều dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước với lượng tối đa là 20% khối lượng, tốt hơn là không lớn hơn 10% khối lượng, tính theo tổng lượng nước và dung môi, ví dụ, ete có thể trộn lẫn với nước như tetrahydrofuran, metyl glycol, metyl diglycol, alkanol như isopropanol hoặc polyol như glycol, glyxerin, dietylen glycol, propylen glycol và dung môi tương tự. Các chế phẩm này cũng được đề cập dưới đây ở dạng huyền phù đặc (suspension concentrates: SC).

Huyền phù đặc này chứa benzoxazinon I ở dạng biến thể A ở dạng hạt được nghiền mịn, trong đó hạt của dạng A có mặt lơ lửng trong pha nước. Cỡ hạt hoạt chất, tức là cỡ mà 90% khối lượng hạt hoạt chất không vượt quá, thường nhỏ hơn 30µm, cụ thể là nhỏ hơn 20µm. Tốt hơn, nếu trong SC theo sáng chế, ít nhất 40% khối lượng và cụ thể ít nhất là 60% khối lượng hạt có đường kính nhỏ hơn 2µm.

Trong SC này, hàm lượng của hoạt chất, tức là tổng lượng benzoxazinon I và các hoạt chất khác, nếu cần, thường nằm trong khoảng từ 10 đến 70% khối lượng, cụ thể là nằm trong khoảng từ 20 đến 50% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng huyền phù đặc.

Ngoài hoạt chất, huyền phù đặc chứa nước thường chứa chất hoạt động bề mặt, và nếu cần, chất chống tạo bọt, chất làm đặc (= chất cải biến lưu biến), chất chống đông, chất ổn định (bioxit), chất điều chỉnh độ pH và chất chống đóng bánh.

Chất hoạt động bề mặt có thể sử dụng được là chất hoạt động bề mặt đã nêu. Tốt hơn là, thuốc bảo vệ thực vật chứa nước theo sáng chế chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt không anion nêu trên và nếu cần, một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt không ion, nếu cần, kết hợp với keo bảo vệ. Hàm lượng của chất hoạt động bề mặt thường nằm trong khoảng từ 1 đến 50% khối lượng, cụ thể là từ 2 đến 30% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của SC chứa nước theo sáng chế. Tốt hơn, nếu chất hoạt động bề mặt bao gồm ít nhất một chất hoạt động bề mặt anion và ít nhất một chất hoạt động bề mặt không ion và tỷ lệ giữa chất hoạt động bề mặt anion và chất hoạt động bề mặt ion thường nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10.

Liên quan đến bản chất và lượng chất chống tạo bọt, chất làm đặc, chất chống đông và bioxit, áp dụng tương tự như đã nói ở trên.

Nếu cần, SC chứa nước theo sáng chế có thể chứa chất đệm để điều chỉnh độ pH. Ví dụ về chất đệm là muối của kim loại kiềm của axit vô cơ hoặc hữu cơ yếu, như ví dụ, axit phosphoric, axit boric, axit axetic, axit propionic, axit xitric, axit fumaric, axit tartric, axit oxalic và axit succinic.

Theo phương án thứ hai được ưu tiên, pha lỏng chứa dung môi hữu cơ không chứa nước trong đó độ tan của dạng A của benzoxazinon I ở nhiệt độ 25°C và 1013mbar không lớn hơn 1% khối lượng, cụ thể là không lớn hơn 0,1% khối lượng, và đặc biệt là không lớn hơn 0,01% khối lượng. Cụ thể, dung môi này là hydrocacbon béo và vòng béo và dầu, đặc biệt là các dung môi có nguồn gốc thực vật và còn là C₁-C₄ alkyl este của axit béo no hoặc không no hoặc hỗn hợp axit béo, cụ thể là metyl este, ví dụ, metyl oleat, metyl stearat và este metyl của dầu cải dầu, dầu khoáng parafin và dung môi tương tự. Do vậy, sáng chế cũng đề cập đến thuốc bảo vệ thực vật ở dạng huyền phù đặc không chứa nước, dưới đây cũng được đề cập ở dạng OD (thể phân tán dầu). Các OD chứa dạng A của benzoxazinon I ở dạng hạt

được nghiền mịn, trong đó các hạt của dạng A nằm lơ lửng trong pha không chứa nước. Cỡ hạt hoạt chất, tức là cỡ mà 90% khối lượng hạt hoạt chất không lớn hơn cỡ này, thường nhỏ hơn $30\mu\text{m}$, cụ thể là nhỏ hơn $20\mu\text{m}$. Có lợi, nếu huyền phù đặc không chứa nước, ít nhất là 40% khối lượng và cụ thể ít nhất là 60% khối lượng hạt có đường kính nhỏ hơn $2\mu\text{m}$.

Trong các OD này, lượng hoạt chất, tức là tổng lượng của benzoxazinon I và các hoạt chất khác, nếu cần, thường nằm trong khoảng từ 10 đến 70% khối lượng, cụ thể là nằm trong khoảng từ 20 đến 50% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của huyền phù đặc không chứa nước.

Ngoài hoạt chất và chất mang lỏng, huyền phù đặc không chứa nước thường chứa chất hoạt động bề mặt, và cũng nếu cần, chất chống tạo bọt, chất cải biến tính lưu biến và chất ổn định (bioxit).

Tốt hơn, nếu chất hoạt động bề mặt có thể sử dụng là chất hoạt động bề mặt anion và không ion được nêu trên. Lượng của chất hoạt động bề mặt thường nằm trong khoảng từ 1 đến 30% khối lượng, cụ thể là từ 2 đến 20% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của SC không chứa nước theo sáng chế. Tốt hơn, nếu chất hoạt động bề mặt bao gồm ít nhất một chất hoạt động bề mặt anion và ít nhất là một chất hoạt động bề mặt không ion, và tỷ lệ giữa chất hoạt động bề mặt anion và không ion thường nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10.

Dạng A của benzoxazinon I theo sáng chế cũng có thể được điều chế ở dạng thuốc bảo vệ thực vật rắn. Các dạng này bao gồm bột, chất phân tán và tạo bụi cũng như bột và hạt phân tán trong nước, ví dụ, hạt được bao, được ngâm và hạt đồng nhất. Các chế phẩm này có thể được điều chế bằng cách trộn hoặc nghiền đồng thời dạng A của benzoxazinon I với chất mang rắn và nếu cần, chất phụ gia khác, cụ thể là chất hoạt động bề mặt. Hạt này có thể được điều chế bằng cách trộn hoạt chất với chất mang rắn. Chất mang rắn là đất khoáng như axit silixic, silica gel, silicat, talc, kaolin, đá vôi, vôi, đá phấn, đất chứa oxit sắt, hoàng thổ, đất sét, dolomit, đất diatomit, canxi và magie sulfat, magie oxit, chất dẻo đã nghiền, phân bón như amoni

sulfat, amoni phosphat, amoni nitrat, urê và sản phẩm từ thực vật như bột ngũ cốc, vỏ cây, bột gỗ và bột vỏ quả hạch, bột xenluloza hoặc chất mang rắn khác. Chế phẩm rắn cũng có thể được điều chế bằng cách sấy phun, nếu cần, với sự có mặt của chất hỗ trợ làm khô polyme hoặc vô cơ và nếu cần, với sự có mặt của chất mang rắn. Để điều chế chế phẩm rắn chứa benzoxazinon I ở dạng A, quy trình ép đùn, tạo hạt tăng sôi, tạo hạt bằng cách sấy phun và các công nghệ tương tự là thích hợp.

Chất hoạt động bề mặt có thể có trên đây được đề cập là chất hoạt động bề mặt và keo bảo vệ. Lượng chất hoạt động bề mặt thường nằm trong khoảng từ 1 đến 30% khối lượng, cụ thể là từ 2 đến 20% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của chế phẩm rắn theo sáng chế.

Trong chế phẩm rắn này, lượng hoạt chất, tức là tổng lượng của benzoxazinon và hoạt chất khác, nếu cần, thường nằm trong khoảng từ 10 đến 70% khối lượng, cụ thể là nằm trong khoảng từ 20 đến 50% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của chế phẩm rắn.

Việc sử dụng dạng A của benzoxazinon I hoặc thuốc diệt cỏ chứa chúng được thực hiện, nếu chế phẩm này không sẵn sàng để sử dụng, ở dạng chất lỏng phun chứa nước. Chất lỏng này được điều chế bằng cách pha loãng chế phẩm chứa dạng A của benzoxazinon I nêu trên với nước. Chất lỏng phun này còn có thể chứa các hợp phần khác ở dạng được hòa tan, tạo nhũ tương hoặc huyền phù, ví dụ, phân bón, hoạt chất diệt cỏ khác hoặc nhóm hoạt chất điều chỉnh sự phát triển khác, hoạt chất khác, ví dụ, hoạt chất chống lại động vật gây hại hoặc nấm hoặc vi khuẩn gây bệnh cho thực vật và cũng là muối khoáng được sử dụng để làm loại bỏ sự thiếu hụt về dinh dưỡng và nguyên tố vi lượng và dầu không gây độc cho thực vật và dầu đặc. Thông thường, các thành phần này được bổ sung vào chất lỏng phun trước, trong hoặc sau khi pha loãng chế phẩm theo sáng chế.

Việc sử dụng dạng A của benzoxazinon I hoặc thuốc bảo vệ thực vật chứa chúng có thể được thực hiện theo phương pháp trước khi nảy mầm hoặc sau khi nảy mầm. Nếu benzoxazinon I ít dung nạp đối với một số cây trồng, các kỹ thuật phun có

thể được sử dụng, trong đó thuốc diệt cỏ được phun bằng cách sử dụng thiết bị phun theo cách thức để lá của cây trồng mẫn cảm ở mức độ nào đó không bị phun vào, trong khi hoạt chất được phun vào lá của thực vật không mong muốn phát triển ở dưới chúng hoặc bề mặt đất chưa được phủ đất (thụt vào sau, lõm).

Hàm lượng của benzoxazinon I được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 3kg hoạt chất/hecta, tốt hơn là 0,01 đến 1kg hoạt chất (hoạt chất)/ha, tùy thuộc vào mục đích, mùa, thực vật đích và giai đoạn phát triển.

Theo phương án khác, việc sử dụng dạng A của benzoxazinon I hoặc thuốc bảo vệ thực vật chứa chúng có thể được thực hiện bằng cách xử lý hạt giống.

Việc xử lý hạt giống về cơ bản bao gồm tất cả các kỹ thuật mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này đã quen thuộc (bao hạt, phủ hạt, rắc hạt, ngâm hạt, bọc màng cho hạt, bọc nhiều lớp cho hạt, tạo vỏ cứng cho hạt, nhúng hạt và tạo viên hạt) trên cơ sở dạng A của benzoxazinon I, hoặc các thuốc được điều chế từ chúng. Ở đây, thuốc bảo vệ thực vật có thể được sử dụng ở dạng đã được pha loãng hoặc chưa được pha loãng.

Thuật ngữ hạt giống bao gồm tất cả các loại hạt giống, ví dụ, hạt, hạt giống, quả, củ, cành giâm và dạng tương tự. Tốt hơn là, thuật ngữ hạt giống ở đây mô tả hạt và hạt giống.

Hạt của cây trồng nêu trên cũng như hạt của thực vật chuyển gen hoặc hạt thu được bằng phương pháp gây giống thông thường có thể được sử dụng làm hạt giống.

Để xử lý hạt giống, benzoxazinon I thường được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10kg trên 100kg hạt giống.

Để mở rộng phổ tác dụng và đạt được tác dụng hiệp đồng, dạng A của benzoxazinon I có thể được trộn và phun cùng với nhiều thuốc diệt cỏ khác hoặc nhóm hoạt chất điều hòa sự phát triển khác. Ngoài ra, có thể có lợi nếu điều chế hoặc sử dụng benzoxazinon cùng với chất an toàn. Về hỗn hợp này, tham khảo WO 2010/145992.

Ngoài ra, có thể có lợi nếu sử dụng dạng A hoặc kết hợp với các thuốc diệt cỏ khác cũng được trộn cùng với thuốc bảo vệ thực vật khác, ví dụ, cùng với thuốc diệt loài gây hại hoặc nấm hoặc vi khuẩn gây bệnh cho thực vật. Cũng được quan tâm là khả năng trộn lẫn với dung dịch muối khoáng được sử dụng để làm giảm sự thiếu hụt chất dinh dưỡng và yếu tố vi lượng. Chất phụ gia như dầu hoặc dịch cô đặc chứa dầu không có độc tính với thực vật cũng có thể được thêm vào.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở dạng tinh thể A, trong đó trong biểu đồ nhiễu xạ tia X trên mẫu bột ở nhiệt độ 25°C và bức xạ Cu-K α dạng này có ít nhất 3 phản xạ trong số các phản xạ sau, được thể hiện là giá trị 2 θ : $8,6 \pm 0,2^\circ$, $10,9 \pm 0,2^\circ$, $12,9 \pm 0,2^\circ$, $13,4 \pm 0,2^\circ$, $14,0 \pm 0,2^\circ$, $14,4 \pm 0,2^\circ$, $15,5 \pm 0,2^\circ$, $16,9 \pm 0,2^\circ$, $18,2 \pm 0,2^\circ$ và $20,5 \pm 0,2^\circ$.
2. Hợp chất ở dạng tinh thể A theo điểm 1, trong đó hàm lượng của 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ít nhất là 94% khối lượng.
3. Hợp chất 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion bao gồm dạng tinh thể A với lượng ít nhất là 90% khối lượng.
4. Quy trình điều chế hợp chất ở dạng tinh thể A theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm:
 - i) điều chế huyền phù đặc chứa 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion trong hỗn hợp gồm nước với ít nhất một dung môi hữu cơ có thể trộn lẫn với nước được chọn từ ete vòng béo, C₁-C₃-alkanol và C₂-C₄-alkandiol;
 - ii) thực hiện kết tinh 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở nhiệt độ dưới 60°C.
5. Quy trình điều chế hợp chất ở dạng tinh thể A theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm:
 - i) điều chế dung dịch chứa 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-

(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion trong dung môi hữu cơ được chọn từ C₁-C₃-alkanol, C₁-C₄-dialkylketon, mono- hoặc di-C₁-C₄-dialkylbenzen và mono hoặc diclobenzen;

- ii) thực hiện kết tinh 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở nhiệt độ dưới 60°C.
6. Hỗn hợp gồm hợp chất 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở dạng tinh thể A theo điểm 1 và 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở dạng khác với dạng A, trong đó tổng lượng của hợp chất 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion trong hỗn hợp này ít nhất là 90% khối lượng tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp.
7. Thuốc bảo vệ thực vật chứa 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở dạng tinh thể A theo điểm 1 và một hoặc nhiều chất phụ gia thông thường đối với chế phẩm thuốc bảo vệ thực vật.
8. Thuốc bảo vệ thực vật theo điểm 7 ở dạng huyền phù đặc chứa nước.
9. Thuốc bảo vệ thực vật theo điểm 7 ở dạng huyền phù đặc không chứa nước.
10. Thuốc bảo vệ thực vật theo điểm 7 ở dạng bột hoặc hạt phân tán trong nước.
11. Phương pháp chống lại sự phát triển của thực vật không mong muốn, trong đó hợp chất 1,5-dimetyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ở dạng tinh thể A theo điểm 1 được dùng cho thực vật cần được kiểm soát hoặc môi trường sống của chúng.

12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó hợp chất ở dạng tinh thể A có hàm lượng của 1,5-dimethyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ít nhất là 94% khối lượng.
13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó hợp chất ở dạng tinh thể A có hàm lượng của 1,5-dimethyl-6-thioxo-3-(2,2,7-triflo-3-oxo-4-(prop-2-ynyl)-3,4-dihydro-2H-benzo[b][1,4]oxazin-6-yl)-1,3,5-triazinan-2,4-dion ít nhất là 90% khối lượng của hợp chất ở dạng tinh thể A.