



(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)



1-0034129

(51)⁷ A01N 25/04; A01N 53/08; A01P 7/00; (13) B
A01N 47/42

(21) 1-2014-01989

(22) 19/12/2011

(86) PCT/CN2011/084191 19/12/2011

(87) WO 2013/091154 A1 27/06/2013

(45) 25/11/2022 416

(43) 25/09/2014 318A

(73) ROTAM AGROCHEM INTERNATIONAL CO., LTD. (CN)

26/F, E-Trade Plaza, 24 Lee Chung Street, Chai Wan, Hong Kong, China

(72) BRISTOW, James Timothy (GB).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ WINCO (WINCO CO., LTD.)

(54) CHẾ PHẨM DẠNG NHỮ TƯƠNG-HUYỀN PHÙ TRONG NƯỚC VÀ QUY
TRÌNH TẠO RA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù (SE) trong nước chứa thành phần chất rắn được tạo huyền phù là Lufenuron và thành phần được nhũ hóa là Lamda-cyhalothrin. Sáng chế còn đề cập đến quy trình tạo ra chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù (suspoemulsion: SE) trong nước chứa thành phần chất rắn được tạo huyền phù là Lufenuron và thành phần được nhũ hóa là Lamda-xyhalothrin. Sáng chế còn đề cập đến quy trình tạo ra chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Lamda-xyhalothrin là tên thông thường của thành phần có hoạt tính trừ sâu đã được Tổ chức tiêu chuẩn hóa quốc tế (ISO) phê chuẩn gồm một cặp chất đồng phân đối ảnh là S-alpha-xyano-3-phenoxybenzyl 1R,cis-3-(Z-2-clo- 3,3,3-trifloprop-1-en-1-yl)-2,2-dimetylxyclopropan carboxylat và R-alpha-xyano-3-phenoxybenzyl 1S,cis-3-(Z-2-clo-3,3,3-trifloprop-1-en-1-yl)-2,2-dimetylxyclopropan carboxylat theo tỷ lệ raxemic. Sản phẩm thuốc trừ sâu Lamda-xyhalothrin trước đây được tạo ra dưới dạng dịch cô nhũ hóa được. Các sản phẩm chứa Lamda-xyhalothrin để sử dụng trong nông nghiệp hoặc làm vườn thường được bán dưới tên thương mại đã đăng ký là KARATE.

Lufenuron là tên thông thường của thành phần có hoạt tính trừ sâu đã được Tổ chức ISO phê chuẩn với tên hóa học là N-[[[2,5-diclo-4-(1,1,2,3,3,3-hexaflopropoxy)phenyl]amino]carbonyl]-2,6-diflobenzamit. Lufenuron thường được bán trên thị trường ở dạng dịch cô nhũ hóa được (emulsifiable concentrate: EC). Do các đặc tính đặc biệt của Lufenuron, dịch cô nhũ hóa được chứa Lufenuron với lượng lớn hơn 5% có xu hướng kết tinh sau khi được pha loãng bằng nước.

Trong những năm gần đây, xuất hiện nhu cầu làm tăng hiệu quả, mở rộng phổ trừ sâu và làm chậm tính kháng thuốc trừ sâu bằng cách sử dụng kết hợp hai hoặc nhiều sản phẩm. CN1176589 mô tả hỗn hợp trộn sẵn của thuốc trừ sâu benzoyl ure và pyrethroid. Hỗn hợp này có hiệu quả cao và độc tính thấp của thuốc trừ sâu benzoyl ure được duy trì và không có tính kháng thuốc như pyrethroid. Hỗn hợp của benzoyl ure và pyrethroid có hiệu quả sử dụng cao, khoảng sử dụng rộng và thời gian duy trì

tác dụng kéo dài và đặc biệt thích hợp để phòng ngừa và diệt sinh vật gây hại cây trồng có tính kháng thuốc mạnh. Patent này đề cập đến hỗn hợp trộn sẵn có thể được tạo ra dưới dạng nhũ tương đậm đặc, huyền phù trong dầu, vi nhũ tương, hạt phân tán được trong nước và vi nang. Tuy nhiên, patent này không đề xuất hoặc gợi ý phương pháp tạo ra các dạng sản phẩm của hỗn hợp trộn sẵn nêu trên. Patent này cũng không đưa ra các số liệu về tính ổn định khi bảo quản trong không khí. Các sản phẩm thương mại trên cơ sở hỗn hợp của Lufenuron và Lamda-xyhalothrin không có sẵn ở dạng nhũ tương đậm đặc, huyền phù trong dầu và vi nhũ tương, hạt phân tán được trong nước và vi nang.

Nói chung, hỗn hợp của Lufenuron hoặc Lamda-xyhalothrin có thể được tạo ra dưới dạng nhũ tương đậm đặc. Tuy nhiên, theo kinh nghiệm của tác giả sáng chế, hàm lượng Lufenuron trong hỗn hợp này cần nhỏ hơn 5% để tránh hiện tượng kết tinh của Lufenuron khi pha loãng. Vì thế, hỗn hợp trộn sẵn với hàm lượng Lufenuron cao (cao hơn 5%) là không thích hợp để tạo ra sản phẩm dạng nhũ tương đậm đặc. Mặt khác, nhũ tương đậm đặc này cần lượng đáng kể các dung môi hữu cơ như các hydrocacbon thơm, hydrocacbon clo hóa, v.v. để thu được dạng sản phẩm hữu hiệu của hoạt chất. Tuy nhiên, các dung môi hữu cơ này đã được biết về tính độc thực vật và tính độc sinh thái của chúng, điều này gây ra các vấn đề về tính độc thực vật và tính độc sinh thái. Đối với sản phẩm dạng truyền thống, Bộ nông nghiệp Trung Quốc (ICAMA) đã hủy bỏ các sản phẩm đăng ký ở dạng nhũ tương đậm đặc. Các nước khác như liên minh châu Âu và Brazil đã tăng thêm điều kiện đăng ký sản phẩm dạng nhũ tương đậm đặc.

Theo kinh nghiệm của tác giả sáng chế, Lufenuron không ổn định trong nhũ tương. Sản phẩm dạng nhũ tương chứa Lufenuron và Lamda-xyhalothrin có xu hướng kết tinh ở điều kiện bảo quản trong không khí.

Đối với dạng sản phẩm chỉ chứa Lamda-xyhalothrin, một số dạng sản phẩm thân thiện với môi trường đã được phát triển. CN101828571 mô tả sản phẩm dạng huyền phù đậm đặc chứa Lamda-xyhalothrin. CN101167471 mô tả sản phẩm dạng hạt phân tán được trong nước chứa Lamda-xyhalothrin. CN1600099 mô tả sản phẩm dạng bột thấm ướt được chứa Lamda-xyhalothrin. Trong các dạng sản phẩm này, Lamda-xyhalothrin có xu hướng tách ra trong quá trình nghiền mịn và tán nhỏ do hoạt chất này có nhiệt độ nóng chảy thấp. Các sản phẩm thu được thường không có độ phân

tán tốt và thời hạn sử dụng dài, cụ thể là do hoạt chất có nhiệt độ nóng chảy thấp bị thay đổi pha trong khoảng nhiệt độ bảo quản trong không khí (từ -5 đến 50°C), điều này dẫn đến hiện tượng đóng bánh và phát triển tinh thể.

CN1836513, WO2005096820, WO2002028186, CN1274530 và WO9522902 bộc lộ các chế phẩm chứa các hoạt chất dạng rắn như fipronil hoặc imidacloprid và các hoạt chất dạng lỏng như Lamda-xyhalothrin hoặc chlorpyrifos, trong đó các chế phẩm này được tạo ra ở dạng nhũ tương trong dầu, dạng phun với hàm lượng cực thấp, nhũ tương dầu trong nước, vi nhũ tương, bột thấm ướt được, hạt phân tán được trong nước, huyền phù khô, hạt, dung dịch nước, bột thấm ướt được, sol khí, huyền phù đậm đặc và dịch cô nhũ hóa được. Trong khi các patent này thường bộc lộ các dạng sản phẩm khác nhau của hỗn hợp chứa các chất có hoạt tính diệt sinh vật gây hại cây trồng bao gồm dạng hạt phân tán được trong nước, huyền phù đậm đặc và bột thấm ướt được. Các patent này không đề xuất hoặc gợi ý phương pháp tạo ra chế phẩm dạng hạt phân tán được trong nước, chế phẩm dạng huyền phù đậm đặc và chế phẩm dạng bột thấm ướt được. Các sản phẩm thương mại trên cơ sở các chế phẩm nêu trên không có sẵn ở dạng hạt phân tán được trong nước, huyền phù đậm đặc và bột thấm ướt được. Như đã nêu trên đây, quy trình chuẩn để tạo ra chế phẩm dạng hạt phân tán được trong nước, huyền phù đậm đặc và bột thấm ướt được của hỗn hợp các chất có hoạt tính diệt sinh vật gây hại cây trồng nêu trên có thể không khả thi và sẽ không tạo ra hỗn hợp thỏa đáng do các hỗn hợp này không có đặc tính phân tán tốt, tính ổn định cao, thời hạn sử dụng dài và các đặc tính khác mà dạng hạt phân tán được trong nước, huyền phù đậm đặc và bột thấm ướt được cần phải có. Vì thế, các sản phẩm dạng bột thấm ướt được, huyền phù đậm đặc và hạt phân tán được trong nước là không thích hợp đối với hỗn hợp trộn sẵn của Lufenuron và Lamda-xyhalothrin do Lamda-xyhalothrin có xu hướng tách ra trong quá trình nghiền mịn và tán nhỏ vì nhiệt độ nóng chảy của nó thấp.

Sản phẩm dạng vi nang có thể khắc phục được vấn đề về nhiệt độ nóng chảy thấp của Lamda-xyhalothrin, và hỗn hợp trộn sẵn của Lufenuron và Lamda-xyhalothrin có thể được tạo ra dưới dạng ZC là dạng hỗn hợp của huyền phù viên nang (CS) chứa lambda-xyhalothrin và huyền phù đậm đặc (SC) chứa Lufenuron. Tuy nhiên, chi phí cho sản phẩm dạng này là quá cao và quy trình sản xuất nó là phức tạp. Sản phẩm thương mại này không có sẵn trên thị trường.

Vì thế, vẫn rất cần tạo ra chế phẩm chứa Lufenuron và Lamda-xyhalothrin thân thiện với môi trường. Cũng có lợi nếu tạo ra chế phẩm có thể chứa Lufenuron với lượng lớn hơn 5% để tạo ra hiệu quả cao. Cũng rất cần tạo ra chế phẩm có tính ổn định ở điều kiện bảo quản trong không khí (từ -5 đến 50°C) và cũng ổn định khi được pha loãng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù (SE) trong nước chứa thành phần chất rắn được tạo huyền phù là Lufenuron và thành phần được nhũ hóa là Lamda-xyhalothrin.

Sáng chế cũng đề xuất chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù thân thiện với môi trường.

Sáng chế còn đề xuất chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước có thể là chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù có hàm lượng Lufenuron cao hơn 5% để tạo ra hiệu quả cao.

Sáng chế còn đề xuất chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước có cả tính ổn định vật lý và hóa học cao cũng như tính dễ chảy tốt, cụ thể là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ -5°C đến 54°C mà trong đó không quan sát thấy hiện tượng kết tinh và đóng bánh sau khi bảo quản.

Sáng chế còn đề xuất chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước có cả khả năng phân tán và khả năng tạo huyền phù trước và sau khi bảo quản ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ -5°C đến 54°C mà trong đó không quan sát thấy hiện tượng kết tinh và đóng bánh sau khi bảo quản.

Do đó, theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa các thành phần sau:

- (a) pha dầu được phân tán chứa:
 - (i) Lamda-xyhalothrin làm hoạt chất thứ nhất,
 - (ii) ít nhất một dung môi có Lamda-xyhalothrin đã hòa tan trong đó;
- (b) pha nước liên tục chứa:
 - (i) Lufenuron làm hoạt chất thứ hai,
 - (ii) nước có Lufenuron được tạo huyền phù trong đó.

Pha dầu, thành phần (a), có thể chứa một hoặc nhiều dung môi và các chất phụ gia khác.

Pha nước liên tục, thành phần (b), có thể còn chứa (iii) một hoặc nhiều chất phân tán và các chất phụ gia khác.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước như đã mô tả trên đây, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước:

Bước 1: tạo ra pha nhũ tương đậm đặc (EC) chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi thích hợp;

Bước 2: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết; và

Bước 3: kết hợp pha dầu thu được trong bước 1 với pha nước thu được trong bước 2.

Theo cách khác, quy trình nêu trên bao gồm các bước:

Bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi thích hợp;

Bước 2: cho pha EC chứa Lamda-xyhalothrin thu được trong bước 1 vào nước kèm theo cắt ở tốc độ cao để tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin;

Bước 3: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết; và

Bước 4: kết hợp pha nhũ tương dầu trong nước thu được trong bước 2 với pha nước thu được trong bước 3.

Sáng chế còn mô tả việc sử dụng chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù nêu trên và đề xuất phương pháp xử lý vật gây hại cây trồng tại chỗ bao gồm bước sử dụng chế phẩm này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù (suspoemulsion: SE) là hỗn hợp chứa nhũ tương đậm đặc (emulsion concentrate: EC) của một thành phần với huyền phù đậm đặc (suspension concentrate: SC) chứa một thành phần khác. Pha EC là pha trong

đó hoạt chất thứ nhất được hòa tan trong dầu. SC là huyền phù của hoạt chất còn lại trong nước. Khi hai thành phần này được trộn lẫn, nước được dùng làm pha liên tục trong nhũ tương, mang các giọt dầu nhỏ được dùng làm pha được phân tán chứa một hoạt chất, được trộn lẫn với các hoạt chất còn lại đã tạo huyền phù. Nói chung, dạng SC, và do đó là dạng SE thu được, còn chứa các thành phần khác như chất phân tán để trợ giúp cho tính ổn định của huyền phù và do đó là tính ổn định của cả hệ các chất.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa các thành phần sau:

- (a) pha dầu được phân tán chứa:
 - (i) Lamda-xyhalothrin làm hoạt chất thứ nhất,
 - (ii) ít nhất một dung môi có Lamda-xyhalothrin đã hòa tan trong đó;
- (b) pha nước liên tục chứa:
 - (i) Lufenuron làm hoạt chất thứ hai,
 - (ii) nước có Lufenuron được tạo huyền phù trong đó.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước như được mô tả trên đây, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước sau:

Bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi thích hợp;

Bước 2: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết; và

Bước 3: kết hợp pha dầu thu được trong bước 1 với pha nước thu được trong bước 2.

Theo cách khác, quy trình nêu trên bao gồm các bước:

Bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi thích hợp;

Bước 2: cho pha EC chứa Lamda-xyhalothrin thu được trong bước 1 vào nước kèm theo cát ở tốc độ cao để tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin;

Bước 3: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết; và

Bước 4: kết hợp pha dầu thu được trong bước 2 với pha nước thu được trong bước 3.

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể được tạo ra theo cách đã biết bằng cách sử dụng các kỹ thuật đã biết đối với chuyên gia trong lĩnh vực này.

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều dung môi trong thành phần (a). Các dung môi thích hợp là hydrocacbon thơm, methyl oleat, N-metyl pyrrolidon, propylen cacbonat, N-octyl pyrrolidon, xyclohexyl-1-pyrrolidon; hỗn hợp của parafinic, isoparafinic, xycloparafinic. Các dung môi thích hợp có bán trên thị trường.

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều chất nhũ hóa trong thành phần (a). Các chất nhũ hóa thích hợp để đưa vào chế phẩm theo sáng chế là cũng đã biết trong lĩnh vực này và có bán trên thị trường. Các chất nhũ hóa thích hợp bao gồm cả chất nhũ hóa ion và không ion như các este của axit béo, este của rượu béo, etc, alkyl sulphonat và aryl sulphonat. Chuyên gia trong lĩnh vực này đã biết rõ các chất nhũ hóa khác có hoạt tính bề mặt thích hợp.

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều chất phân tán thích hợp trong thành phần (b). Tốt hơn, nếu chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế chứa hỗn hợp của hai chất phân tán khác nhau. Các chất phân tán được ưu tiên là các chất được đề cập dưới đây:

Copolymer ghép axit metacrylic-metyl metacrylat-polyetylen, ví dụ, các chất này có bán trên thị trường với tên là Atlox® 4913 (sản phẩm của Uniqema) và Tersperse 2500 (sản phẩm của Huntsman Surfactant);

Các hợp chất tristyrylphenoletoxyat có trung bình từ 16 đến 60, tốt hơn là từ 16 đến 50, đơn vị oxyetylen; ngoài ra, các hợp chất tristylphenoletoxyat sulfat hóa hoặc phosphat hóa có trung bình từ 6 đến 20, tốt hơn là từ 7 đến 16, đơn vị oxyetylen, và còn có các muối của các chất này; trong đó hợp chất cụ thể có thể được dùng làm sản phẩm thương mại đã biết với tên là Soprophor FLK (sản phẩm của Rhodia), Soprophor 3 D33 (sản phẩm của Rhodia), và Soprophor S/40-P (sản phẩm của Rhodia); và

Các copolymer khối propylen oxit/etylen oxit có ít nhất là 40% mol đơn vị polyoxyetylen, tốt hơn nếu phần polyoxypropylen ở giữa có khối lượng phân tử nằm

trong khoảng từ 1500 đến 2000. Các sản phẩm này có bán trên thị trường với tên là Pluronic PE10100 (sản phẩm của BASF), Pluronic PE10500 (sản phẩm của BASF) và Pluronic 6800 (sản phẩm của BASF) có thể được đề cập làm ví dụ. Các chất hoạt động bề mặt nêu trên được cho là có tác động đến tính ổn định của hệ các chất.

Ngoài các thành phần đã nêu trên đây, chế phẩm theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều chất phụ gia khác, nếu cần. Các chất phụ gia để đưa vào chế phẩm theo sáng chế là đã biết trong lĩnh vực này và thường được sử dụng. Các chất phụ gia thích hợp có thể được chứa trong chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế là tất cả các chất trợ điều chế thông thường, như chất tạo bọt, chất nhũ hóa, chất chống đông, chất bảo quản, chất chống oxy hóa, chất tạo màu, chất làm đặc và các chất độn trợ.

Các chất chống tạo bọt thích hợp bao gồm tất cả các chất mà có thể thường được sử dụng cho mục đích này trong chế phẩm hóa nông. Các chất chống tạo bọt được đặc biệt ưu tiên là hỗn hợp của polydimetylsiloxan và axit perfluoroalkylphosphonic, như các chất chống tạo bọt là silicon có bán trên thị trường từ công ty GE hoặc Compton.

Các chất bảo quản thích hợp bao gồm tất cả các chất mà có thể thường được sử dụng cho mục đích này trong các chế phẩm hóa nông thuộc loại này. Các ví dụ thích hợp có thể được đề cập bao gồm preventol® (sản phẩm của Bayer AG) và Proxel® (sản phẩm của Bayer AG).

Các chất chống oxy hóa thích hợp là tất cả các chất mà có thể thường được sử dụng cho mục đích này trong các chế phẩm hóa nông. Chất chống oxy hóa được ưu tiên là hydroxytoluen butyl hóa.

Các chất độn trợ thích hợp bao gồm tất cả các chất mà có thể thường được sử dụng cho mục đích này trong các chế phẩm hóa nông và chúng không có tác dụng làm chất làm đặc. Chất độn trợ được ưu tiên là các hạt vô cơ như cacbonat, silicat và oxit, và còn là các chất hữu cơ như sản phẩm ngưng tụ ure/formaldehyt. Ví dụ, kaolin, rutil, silic oxit, silic oxit được nghiền mịn, silicagel, và các hợp chất silicat tự nhiên và tổng hợp, và bột talc cũng có thể được đề cập.

Các chất làm đặc thích hợp bao gồm tất cả các chất mà có thể thường được sử dụng cho mục đích này trong các chế phẩm hóa nông. Ví dụ, gồm xantan, PVOH, xenluloza, đất sét, silicat hydrat hóa, magie nhôm silicat hoặc hỗn hợp của chúng. Hơn

nữa, các chất làm đặc này là đã biết trong lĩnh vực và có bán trên thị trường.

Ngoài ra, chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế còn chứa nước, thành phần này có mặt trong pha nước (b).

Hàm lượng của các thành phần riêng biệt trong chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể được thay đổi trong khoảng tương đối rộng. Do đó, nồng độ của các thành phần này khi có thể có mặt thường là như sau:

nồng độ của các hợp chất có hoạt tính thuộc nhóm (i) của thành phần (a) thường nằm trong khoảng từ 1% đến 40% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 20% trọng lượng;

nồng độ của các hợp chất có hoạt tính thuộc nhóm (i) của thành phần (b) thường nằm trong khoảng từ 1% đến 40% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 20% trọng lượng;

nồng độ của dung môi thuộc nhóm (ii) của thành phần (a) thường nằm trong khoảng từ 1% đến 30% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5% đến 20% trọng lượng;

hàm lượng nước trong chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế thuộc nhóm (ii) của thành phần (b) có thể được thay đổi trong khoảng rộng. Tùy thuộc vào các thành phần còn lại, hàm lượng nước thường nằm trong khoảng từ 25% đến 80% trọng lượng;

nồng độ các chất phân tán thuộc nhóm (iii) của thành phần (b) thường nằm trong khoảng từ 1% đến 10% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1% đến 5% trọng lượng;

Các chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp thích hợp bất kỳ. Tốt hơn, nếu các chế phẩm được ưu tiên được tạo ra theo quy trình sau:

Bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi cùng với các chất nhũ hóa thích hợp;

Bước 2: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết;

Trước tiên, hoạt chất Lufenuron cùng với các chất phân tán thích hợp và các chất phụ gia khác như chất chống đông và chất chống tạo bọt, và lượng nước cần thiết

được trộn kỹ và nghiền mịn bằng cách sử dụng máy nghiền hạt kiểu khuấy theo phương ngang để duy trì các thông số của quy trình như cỡ hạt trung bình d50 không lớn hơn 3 micron và phần lớn các hạt có d90 không lớn hơn 6 micron.

Bước 3: cho pha EC thu được trong bước 1 vào pha nước thu được trong bước 2 trong khi khuấy liên tục trong khoảng thời gian tối ưu.

Bước 4: tạo ra các chất làm đặc, như polysacarit hoặc gôm xanthan, từ trước để cho chúng có thể được hydrat hóa và sẵn sàng để bổ sung thêm trong bước tiếp theo như được nêu trong bước 5.

Bước 5: bổ sung chất làm đặc như gôm trong bước 4 với lượng thích hợp vào hỗn hợp thu được trong bước 3 và khuấy liên tục cho đến khi hỗn hợp này trở thành huyền phù đồng nhất.

Tốt hơn, nếu các chế phẩm được ưu tiên được tạo ra theo quy trình sau:

Bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi cùng với các chất nhũ hóa thích hợp;

Bước 2: cho pha EC chứa Lamda-xyhalothrin thu được trong bước 1 vào nước kèm theo cắt ở tốc độ cao để tạo ra pha EW chứa Lamda-xyhalothrin;

Bước 3: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết;

Trước tiên, hoạt chất Lufenuron cùng với các chất phân tán thích hợp và các chất phụ gia khác như chất chống đông và chất chống tạo bọt, và lượng nước cần thiết được trộn kỹ và nghiền mịn bằng cách sử dụng máy nghiền hạt kiểu khuấy theo phương ngang để duy trì các thông số của quy trình như cỡ hạt trung bình d50 không lớn hơn 3 micron và phần lớn các hạt có d90 không lớn hơn 6 micron.

Bước 4: cho pha nhũ tương dầu trong nước thu được trong bước 2 vào pha nước thu được trong bước 3 trong khi khuấy liên tục trong khoảng thời gian tối ưu.

Bước 5: Tạo ra các chất làm đặc, như polysacarit hoặc gôm xanthan, từ trước để cho chúng có thể được hydrat hóa và sẵn sàng để bổ sung thêm trong bước tiếp theo như được nêu trong bước 6.

Bước 6: bổ sung chất làm đặc như gôm trong bước 5 với lượng thích hợp vào hỗn hợp thu được trong bước 4 và khuấy liên tục cho đến khi hỗn hợp này trở thành huyền phù đồng nhất.

Huyền phù thu được được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp -5°C trong 7 ngày, tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao 54°C trong 14 ngày, và tính ổn định khi được pha loãng trong 24 giờ ở nhiệt độ 30°C .

Các chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế vẫn ổn định do không quan sát thấy sự phát triển tinh thể thậm chí sau khi bảo quản ở nhiệt độ cao hoặc nhiệt độ thấp. Bằng cách pha loãng với nước, chúng có thể được chuyển hóa thành chất lỏng đồng nhất dùng để phun mà không phát hiện thấy hiện tượng tắc vòi phun do sự kết tinh của các hoạt chất trong chất lỏng này. Các chất lỏng phun này là thích hợp để sử dụng bằng các phương pháp thông thường, ví dụ, bằng cách phun hoặc rót.

Tỷ lệ sử dụng của chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể được thay đổi trong khoảng tương đối rộng. Nồng độ của nó tùy thuộc vào lượng các hoạt chất trong chế phẩm hoặc mục đích sử dụng, nồng độ này có thể được xác định bởi chuyên gia trong lĩnh vực này.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp phòng trừ vật gây hại tại chỗ, cụ thể là côn trùng, phương pháp này bao gồm bước sử dụng tại chỗ lượng hữu hiệu của chế phẩm như đã mô tả trên đây.

Theo một khía cạnh khác nữa, sáng chế còn mô tả việc sử dụng chế phẩm đậm đặc như đã mô tả trên đây để phòng trừ vật gây hại tại chỗ.

Các chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có tính ổn định vật lý và hóa học được cải thiện trong khoảng điều kiện rộng, cụ thể là trong khoảng nhiệt độ từ -5°C đến 54°C mà không quan sát thấy hiện tượng kết tinh trong quá trình bảo quản. Các chế phẩm này cũng thân thiện với môi trường.

Ưu điểm của các chế phẩm theo sáng chế là ở chỗ nồng độ khả thi về mặt thương mại của các thuốc diệt sinh vật gây hại cây trồng trong các dạng sản phẩm ổn định có thể được sử dụng mà không có sự tạo tinh thể đáng kể hoặc có hại bất kỳ.

Các chế phẩm theo sáng chế có tính độc thực vật ở mức độ thấp so với các sản phẩm dạng E.C có trên thị trường.

Các chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế còn có ưu điểm nữa là không dễ cháy và có độc tính với da thấp cũng như mức độ kích ứng da thấp.

Cuối cùng, các chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có thể được coi là an toàn về mặt sinh thái do chúng được tạo ra từ các thành phần gần như trơ và

an toàn. Kết quả là các chế phẩm này không chỉ hữu ích mà còn có thể đáp ứng các yêu cầu nghiêm ngặt của Cơ quan bảo vệ môi trường ở Mỹ và các tiêu chuẩn kiểm soát hợp chất hữu cơ dễ bay hơi của châu Âu.

Trong khi sáng chế sẽ được mô tả dưới đây cùng với một số phương án được ưu tiên trong các ví dụ thực hiện sáng chế, cần hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn bởi các phương án cụ thể này. Trái lại, sáng chế được dự định là bao gồm tất cả phương án thay thế, cải biến và tương đương khi có thể được đưa vào phạm vi của sáng chế như được xác định bởi phần yêu cầu hộ kèm theo. Do đó, các ví dụ sau đây, kể cả các phương án được ưu tiên, sẽ được dùng để minh họa tính thực tiễn của sáng chế cần được hiểu là các phương án cụ thể được thể hiện qua ví dụ và chỉ nhằm mục đích minh họa các phương án được ưu tiên của sáng chế và được thể hiện trong các điều kiện đưa ra mà được cho là hữu hiệu nhất và mô tả dễ hiểu nhất các quy trình cũng như nguyên lý và khía cạnh khái niệm của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương đậm đặc chứa Lamda-xyhalothrin:

Hoạt chất Lamda-xyhalothrin (sản phẩm của Jiangsu Youshi Chemistry) được trộn với methyl oleat (sản phẩm của Clariant) ở nhiệt độ trong phòng. Hỗn hợp này được để yên trong 30 phút trước khi cho thêm chất nhũ hóa EL360 (sản phẩm của Clariant) và sau đó khuấy cho đến khi thu được dung dịch đồng nhất.

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật (Jiangsu Youshi)	5 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Methyl oleat (Clariant)	5	Dung môi
EL360 (Clariant)	3	Chất nhũ hóa

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron (Shanghai Stone) trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật (Shanghai Stone)	5 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất

Soprophor BSU (Rhodia)	0,5	Chất phân tán
Soprophor FLK (Rhodia)	1,5	Chất phân tán
Propylen glycol (DOW)	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W (Rhodia)	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon (Degussa)	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Trước tiên, hoạt chất Lufenuron, cùng với các chất phân tán thích hợp là Soprophor BSU và Soprophor FLK và các chất phụ gia khác như chất chống đông và chất chống tạo bọt, và lượng nước cần thiết được trộn lẫn và nghiền mịn bằng cách sử dụng máy nghiền hạt kiểu khuấy theo phương ngang để duy trì các thông số của quy trình, như cỡ hạt trung bình d₅₀ không lớn hơn 3 micron và phần lớn các hạt có d₉₀ không lớn hơn 6 micron.

c) Tạo ra huyền phù-nhũ tương

Cho pha dầu (a) vào pha nước (b) trong khi khuấy liên tục trong khoảng thời gian tối ưu ở nhiệt độ trong phòng. Sau đó, bổ sung chất làm đặc là gôm (Rhodopol 23/W) với lượng thích hợp vào hỗn hợp nêu trên và khuấy liên tục cho đến khi hỗn hợp này trở thành huyền phù đồng nhất ở nhiệt độ trong phòng. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C.

Ví dụ 2

Chế phẩm dạng huyền phù-nhũ tương được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	8 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Propylen cacbonat (Local)	8	Dung môi
Atlox4912 (Croda)	2	Chất nhũ hóa
Tween 80 (Croda)	0,3	Chất nhũ hóa

Hoạt chất Lamda-xyhalothrin được trộn lẫn với Solvesso100 ở nhiệt độ trong phòng. Hỗn hợp này được để yên trong 30 phút trước khi cho thêm chất nhũ hóa EL360 và khuấy cho đến khi thu được dung dịch đồng nhất. Tiếp đó, cho pha EC chứa Lamda-xyhalothrin vào nước kèm theo cát ở tốc độ cao để thu được pha EW chứa

Lamda-xyhalothrin.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	8 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Tersperse 2500 (Huntsman)	0,4	Chất phân tán
Pluronic 6800 (BASF)	1,2	Chất phân tán
Propylen glycol	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W (Rhodia)	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon (Degussa)	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 1.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Cho pha dầu trong nước (a) vào pha nước (b) trong khi khuấy liên tục trong khoảng thời gian tối ưu. Sau đó, bổ sung chất làm đặc là gồm với lượng thích hợp vào hỗn hợp nêu trên và tiếp tục khuấy cho đến khi hỗn hợp này trở thành huyền phù đồng nhất. Huyền phù này được kiểm tra về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 3

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương đậm đặc chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	10 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Metyl oleat (Clariant)	10	Dung môi
Alkamuls OR/36 (Rhodia)	3	Chất nhũ hóa

Nhũ tương đậm đặc chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra theo phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 1.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	10 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất

Soprophor 3 D33 (Rhodia)	2,3	Chất phân tán
Pluronic 10100 (BASF)	2,3	Chất phân tán
Propylen glycol (DOW)	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W (Rhodia)	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 1.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục c) của Ví dụ 1. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 4

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương đậm đặc (EC) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	15 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Dầu ngô (Local)	15	Dung môi
Alkamuls OR/36 (Rhodia)	3	Chất nhũ hóa

Nhũ tương đậm đặc chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra theo phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 1.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	15 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Tersperse 2500 (Huntsman)	2,5	Chất phân tán
Soprophor FLK (Rhodia)	1	Chất phân tán
Propylen glycol	4	Chất chống tạo bọt
Rhodopol 23/W (Rhodia)	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon (Degussa)	0,5	Chất khử bọt

Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang
------	---------------------------	-----------

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 1.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục c) của Ví dụ 1. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 5

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	20 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Dầu ngô (Local)	20	Dung môi
Alkamuls OR/36 (Rhodia)	3	Chất nhũ hóa

Pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra theo phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 2.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	20 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Atlox 4913 (Croda)	2,3	chất phân tán
Pluronic 6800 (BASF)	0,8	chất phân tán
Propylen glycol	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W (Rhodia)	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 2.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã

được nêu trong mục c) của Ví dụ 2. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 6

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	5 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Metyl oleat (Clariant)	5	Dung môi
Alkamuls OR/36	2	Chất nhũ hóa

Pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 2.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	35 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Atlox 4913 (Croda)	2,3	Chất phân tán
Pluronic 6800 (BASF)	0,8	Chất phân tán
Propylen glycol	5	Chất chống đông
Rhodopol 23/W	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 2.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục c) của Ví dụ 2. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 7

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương đậm đặc (EC) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	1 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Propylen cacbonat (Local)	1	Dung môi
Atlox4912 (Croda)	2	Chất nhũ hóa
Tween 80 (Croda)	0,3	Chất nhũ hóa

Nhũ tương đậm đặc chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 1

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	40 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Tersperse 2500 (Huntsman)	0,4	Chất phân tán
Pluronic 6800 (BASF)	1,2	Chất phân tán
Propylen glycol	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W (Rhodia)	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon (Degussa)	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 1.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục c) của Ví dụ 1. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 8

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	30 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Dầu ngô	30	Dung môi
Alkamuls OR/36	3	Chất nhũ hóa

Pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 2.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	10 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Soprophor 3 D33 (Rhodia)	2,3	Chất phân tán
Pluronic 10100 (BASF)	2,3	Chất phân tán
Propylen glycol	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon (Degussa)	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 2.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục c) của Ví dụ 2. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 9

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương đậm đặc (EC) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	40 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Metyl oleat	40	Dung môi
Alkamuls OR/36	3	Chất nhũ hóa

Nhũ tương đậm đặc chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 1.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	1 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Tersperse 2500 (Huntsman)	2,5	Chất phân tán
Soprophor FLK (Rhodia)	1	Chất phân tán

Propylen glycol	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon	0,5	Chất khử bọt
nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 1.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp đã nêu trong mục c) của Ví dụ 1. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở nhiệt độ 30°C .

Ví dụ 10

Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù được tạo ra như sau:

a) Tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lamda-xyhalothrin loại kỹ thuật	15 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Propylen cacbonat	15	Dung môi
Alkamuls OR/36	3	Chất nhũ hóa

Pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục a) của Ví dụ 2.

b) Tạo ra hệ phân tán chứa các hạt Lufenuron trong pha nước liên tục:

Thành phần	Lượng (g)	Tác dụng
Lufenuron loại kỹ thuật	25 (dạng tinh khiết)	Hoạt chất
Atlox 4913 (Croda)	2,3	Chất phân tán
Pluronic 6800 (BASF)	0,8	Chất phân tán
Propylen glycol	4	Chất chống đông
Rhodopol 23/W	0,15	Chất làm đặc
Dầu silicon (Degussa)	0,5	Chất khử bọt
Nước	lượng còn lại cho đủ 100g	Chất mang

Quá trình tạo ra huyền phù đậm đặc chứa Lufenuron được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục b) của Ví dụ 2.

c) Tạo ra nhũ tương-huyền phù

Nhũ tương-huyền phù được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp chung đã được nêu trong mục c) của Ví dụ 2. Huyền phù này được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp (-5°C), tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao (54°C) và tính ổn định khi được pha loãng ở 30°C .

Kết quả thử nghiệm về tính ổn định

Các mẫu được thử nghiệm về tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp và nhiệt độ cao. Tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp được thử nghiệm ở nhiệt độ -5°C trong 7 ngày. Tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao được thử nghiệm trong tủ sấy ở nhiệt độ 54°C trong 14 ngày. Sau khi kết thúc thử nghiệm, chế phẩm được lọc qua rây có cỡ lỗ 342 và quan sát tính dễ chảy của chế phẩm và sự xuất hiện các tinh thể.

Ngoài ra, quan sát tình trạng bảo quản ở nhiệt độ cao sau khi lấy mẫu ra khỏi môi trường ở nhiệt độ 54°C và duy trì mẫu này trong không khí trong thời gian một đến hai ngày.

Tính năng của chế phẩm về khả năng tạo huyền phù và khả năng phân tán cũng được xác định đối với mẫu trước và sau khi bảo quản ở nhiệt độ thấp -5°C và nhiệt độ cao 54°C . Cho 1g mẫu vào bình chứa có thể tích 250ml chứa nước CIPAC D. Nếu mẫu lắng xuống đáy bình một cách nhanh chóng thì có nghĩa là mẫu này có khả năng phân tán kém. Nếu mẫu có thể phân tán đồng thời trong nước thì có nghĩa là mẫu này có khả năng phân tán tốt. Tiếp đó, bình được đập nắp và được lắc xuôi - ngược 10 lần và sau đó để yên bình này trong 1 phút. Nếu lượng chất rắn sa lắng nhiều thì có nghĩa là mẫu này có khả năng tạo huyền phù kém. Nếu lượng chất rắn sa lắng không đáng kể thì có nghĩa là mẫu này có khả năng tạo huyền phù tốt.

Các chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có các đặc tính sau:

Ví dụ	Tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ thấp -5°C trong 7 ngày	Tính ổn định khi bảo quản ở nhiệt độ cao 54°C trong 14 ngày	Khả năng phân tán và khả năng tạo huyền phù trước và sau khi bảo quản
Ví dụ 1	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt

Ví dụ 2	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 3	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 4	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 5	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 6	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 7	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 8	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 9	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt
Ví dụ 10	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	Tính dễ chảy tốt, không xuất hiện tinh thể	tốt

Kết quả thử nghiệm về tính độc thực vật

Các thử nghiệm để kiểm tra tính độc thực vật tương đối được tiến hành bằng các mẫu theo sáng chế sau đây và thử nghiệm so sánh được tiến hành trên cơ sở sản phẩm Lufenuron 50EC (Match, Syngenta) và Lamda-xyhalothrin 120EC (KARATE, Syngenta) có bán trên thị trường. Tùy theo mức độ của các triệu chứng, các mẫu thử nghiệm được phân loại như sau:

Mức 0: không có tính độc thực vật

Mức 1: có tính độc thực vật không đáng kể

Mức 2: có tính độc thực vật mạnh

Các thử nghiệm để kiểm tra tính độc thực vật của các chế phẩm cho thấy rằng tất cả các chế phẩm thu được từ các ví dụ 1-10 đều có tính độc thực vật ở mức 0. Thử nghiệm so sánh với sản phẩm Lufenuron 50EC và Lamda-xyhalothrin 120EC có bán trên thị trường cho thấy các sản phẩm này có tính độc thực vật ở mức 2. Tóm lại, chế

phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có tính độc thực vật ít hơn đáng kể so với sản phẩm dạng EC có bán trên thị trường.

Từ các số liệu thử nghiệm được đưa ra trên đây, có thể thấy rằng chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo sáng chế có tính dễ chảy và tính ổn định khi bảo quản tốt ở cả nhiệt độ thấp và nhiệt độ cao. Ngoài ra, nhũ tương-huyền phù này có khả năng phân tán và khả năng tạo huyền phù tốt đối với cả mẫu trước và sau khi bảo quản ở nhiệt độ thấp -5°C và bảo quản ở nhiệt độ cao 54°C . Hơn nữa, tính độc thực vật của chế phẩm theo sáng chế là ít hơn đáng kể so với chế phẩm dạng EC có bán trên thị trường.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù trong nước, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa các thành phần sau:
 - (a) pha dầu được phân tán chứa:
 - (i) Lamda-xyhalothrin làm hoạt chất thứ nhất,
 - (ii) ít nhất một dung môi có Lamda-xyhalothrin đã hòa tan,
 - (b) pha nước liên tục chứa:
 - (i) Lufenuron làm hoạt chất thứ hai,
 - (ii) nước có Lufenuron được tạo huyền phù trong đó.
2. Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa Lamda-xyhalothrin làm thành phần được nhũ hóa và Lufenuron làm thành phần được tạo huyền phù.
3. Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, thành phần (b) còn chứa:
 - (iii) ít nhất một chất phân tán.
4. Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo điểm 3, trong đó ít nhất một chất phân tán trong mục (iii) của thành phần (b) được chọn từ nhóm bao gồm các copolyme ghép axit metacrylic-metyl metacrylat-polyetylenglycol, tristyrylphenoletoxyat và/hoặc copolyme khối propylen oxit/etylen oxit chứa từ 10% đến 50% etylen oxit.
5. Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo điểm 4, trong đó ít nhất một chất phân tán trong mục (iii) của thành phần (b) là copolyme khối propylen oxit/etylen oxit chứa từ 20% đến 50% etylen oxit.
6. Chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù theo điểm 4, trong đó ít nhất một chất phân tán trong mục (iii) của thành phần (b) là copolyme khối propylen oxit/etylen oxit chứa từ 30% đến 40% etylen oxit.

7. Quy trình tạo ra chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù như nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước sau:
- bước 1: tạo ra pha nhũ tương đậm đặc (EC) chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi thích hợp;
 - bước 2: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết; và
 - bước 3: kết hợp pha dầu thu được trong bước 1 với pha nước thu được trong bước 2.
8. Quy trình tạo ra chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù như nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước sau:
- bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi thích hợp;
 - bước 2: cho pha EC chứa Lamda-xyhalothrin thu được trong bước 1 vào nước kèm theo cát ở tốc độ cao để tạo ra pha nhũ tương dầu trong nước (EW) chứa Lamda-xyhalothrin;
 - bước 3: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết; và
 - bước 4: kết hợp pha nhũ tương dầu trong nước thu được trong bước 2 với pha nước thu được trong bước 3.
9. Quy trình tạo ra chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù như nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước sau:
- bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi cùng với các chất nhũ hóa thích hợp;
 - bước 2: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết;
 - bước 3: cho pha EC thu được trong bước 1 vào pha nước thu được trong bước 2 trong khi khuấy liên tục trong khoảng thời gian tối ưu;
 - bước 4: tạo ra các chất làm đặc từ trước để cho chúng có thể được hydrat hóa và sẵn sàng để bổ sung thêm trong bước tiếp theo như được nêu trong bước 5;

bước 5: bổ sung chất làm đặc trong bước 4 với lượng thích hợp vào hỗn hợp thu được trong bước 3 và khuấy liên tục cho đến khi hỗn hợp này trở thành huyền phù đồng nhất.

10. Quy trình theo điểm 9, trong đó ở bước 4, chất làm đặc là các polysacarit hoặc gồm xanthan.

11. Quy trình theo điểm 9, trong đó ở bước 2, các thành phần được trộn lẫn bằng cách nghiền mịn sử dụng máy nghiền hạt kiểu khuấy theo phương ngang để duy trì cỡ hạt trung bình d50 không lớn hơn 3 micron và phần lớn các hạt có d90 không lớn hơn 6 micron.

12. Quy trình tạo ra chế phẩm dạng nhũ tương-huyền phù như nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước sau:

bước 1: tạo ra pha EC chứa Lamda-xyhalothrin bằng cách trộn lẫn hoạt chất này với dung môi cùng với các chất nhũ hóa thích hợp;

bước 2: cho pha EC chứa Lamda-xyhalothrin thu được trong bước 1 vào nước kèm theo cắt ở tốc độ cao để tạo ra pha EW chứa Lamda-xyhalothrin;

bước 3: tạo ra hệ phân tán chứa các hạt hoạt chất Lufenuron trong pha nước liên tục bằng cách trộn lẫn hoạt chất này, chất phân tán và lượng nước cần thiết;

bước 4: cho pha nhũ tương dầu trong nước thu được trong bước 2 vào pha nước thu được trong bước 3 trong khi khuấy liên tục trong khoảng thời gian tối ưu;

bước 5: tạo ra các chất làm đặc từ trước để cho chúng có thể được hydrat hóa và sẵn sàng để bổ sung thêm trong bước tiếp theo như được nêu trong bước 6;

bước 6: bổ sung chất làm đặc trong bước 5 với lượng thích hợp vào hỗn hợp thu được trong bước 4 và khuấy liên tục cho đến khi hỗn hợp này trở thành huyền phù đồng nhất.

13. Quy trình theo điểm 12, trong đó ở bước 5, chất làm đặc là polysacarit hoặc gồm xanthan.

14. Quy trình theo điểm 12, trong đó ở bước 3, các thành phần được trộn lẫn bằng cách nghiền mịn sử dụng máy nghiền hạt kiểu khuấy theo phương ngang để duy trì cỡ hạt trung bình d_{50} không lớn hơn 3 micron và phần lớn các hạt có d_{90} không lớn hơn 6 micron.