



(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)



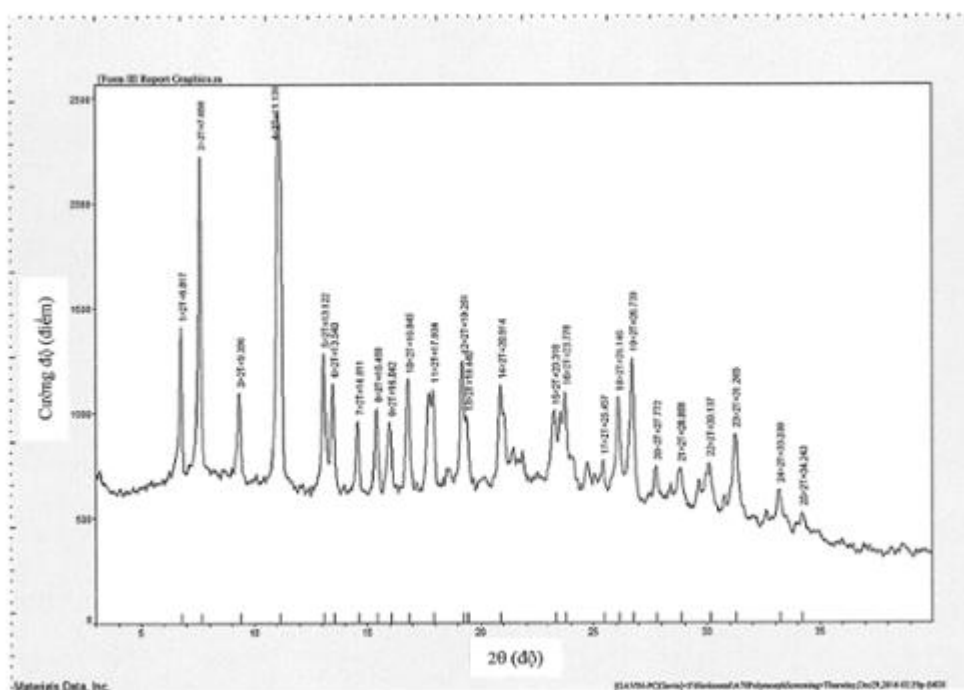
1-0035844

(51)⁷ C07D 231/20; A01N 43/56; A01P 13/00 (13) B

- (21) 1-2019-06453 (22) 18/05/2017
(86) PCT/CN2017/084899 18/05/2017 (87) WO 2018/192046 25/10/2018
(30) 201710257455.5 19/04/2017 CN
(45) 25/05/2023 422 (43) 25/06/2020 387ASC
(73) QINGDAO KINGAGROOT CHEMICAL COMPOUND CO., LTD. (CN)
No.100, Nanjing Road, Shinan District, Qingdao, Shandong 266000, China
(72) ZHAO, De (CN); CHEN, Zhixiang (CN); LIN, Beibei (CN); ZHANG, Zhaozhen
(CN); PENG, Xuegang (CN); ZHANG, Jingyuan (CN).
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) HỢP CHẤT TRIAZOLESULCOTRION Ở DẠNG TINH THỂ C VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ HỢP CHẤT NÀY

(57) Sáng chế đề xuất hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C, phương pháp điều chế hợp chất này. Kiểu tán xạ hạt tia X của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C có các đỉnh đặc trưng ở 6,8, 7,6, 9,4, 11,1, 13,1, 13,5, 14,6, 15,5, 16,1, 16,9, 18,0, 19,3, 19,4, 20,9, 21,9, 23,3, 23,6, 23,8, 24,8, 25,5, 26,1, 26,8, 27,8, 28,9, 30,1, 31,3, 33,2, 34,3, và 36,0 độ 2 θ , trong đó khoảng sai số của độ 2 θ là $\pm 0,2^\circ$. Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C đã được thử nghiệm để có độ ổn định tốt, nghĩa là, sau 2 tháng bảo quản ở nhiệt độ cao 70°C, dạng tinh thể không bị biến đổi, và độ tinh khiết cơ bản không bị suy giảm. Độ hòa tan trong nước là gần gấp đôi. Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C hoặc chế phẩm được trộn với các thành phần hoạt tính khác có hiệu quả kiểm soát tốt hơn đối với cỏ gramineae và một số cỏ có lá rộng trên cánh đồng lúa, và do đó hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C tốt hơn hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A.

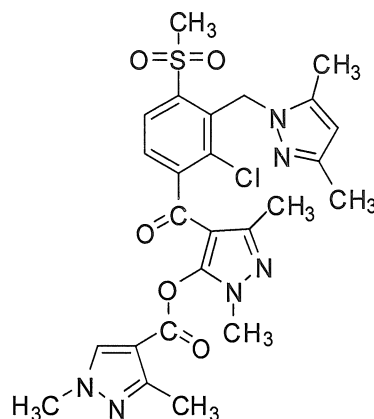


Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực xử lý kết tinh thuốc diệt cỏ, và cụ thể đề cập đến hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C, phương pháp điều chế hợp chất này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Tên hóa học của triazolesulcotrion: 4-[2-clo-3-(3,5-dimetyl-pyrazol-1-ylmetyl)-4-metansulfonyl-benzoyl]-1,3-dimetyl-1H-pyrazol-5-yl este của axit 1,3-dimetyl-1H-pyrazol-4-carboxylic, và cấu trúc của nó:



Triazolesulcotrion là thuốc diệt cỏ ức chế HPPD mới được phát triển để xử lý lá và thân sau khi nhô ra trên cánh đồng lúa. Nó có hoạt tính sinh học rất tốt và kiểm soát hiệu quả nhiều loại cỏ có hại khác nhau trên cánh đồng lúa. Patent có liên quan đến hợp chất này đã được cấp bằng sáng chế và số thông báo cấp bằng sáng chế là: CN 105503728 B.

Sự đa hình đề cập đến hiện tượng trong đó chất rắn trong hai hoặc nhiều sắp xếp không gian khác nhau và tạo thành các trạng thái rắn có các đặc tính hóa lý khác nhau. Trong lĩnh vực nghiên cứu thuốc, các dạng đa hình bao gồm các dạng tinh thể nhiều thành phần như solvat, hydrat, và tương tự. Sự đa hình là phổ biến trong việc phát triển

thành phần được và là đặc tính vốn có của hợp chất hữu cơ phân tử nhỏ. Theo lý thuyết, thuốc phân tử nhỏ có số lượng vô hạn chế độ bao gói tinh thể, nghĩa là, các dạng đa hình. Sự đa hình không chỉ chịu ảnh hưởng bởi cấu trúc không gian và các đặc tính của nhóm chức trong phân tử, tương tác nội phân tử và tương tác giữa các phân tử, v.v... mà còn chịu ảnh hưởng bởi các yếu tố khác như việc thiết kế con đường tổng hợp thuốc, các điều kiện kết tinh và tinh chế, việc lựa chọn các tá dược, quy trình điều chế và phương pháp tạo hạt, cũng như các điều kiện bảo quản, các vật liệu bao gói, và tương tự. Các dạng tinh thể khác nhau có màu sắc, điểm nóng chảy, độ hòa tan, các đặc tính hòa tan, độ ổn định hóa học, khả năng phản ứng, và độ ổn định cơ học khác nhau, v.v... Các đặc tính vật lý và hóa học này hoặc khả năng xử lý trong một số trường hợp có thể tác động trực tiếp đến độ an toàn và hiệu quả của thuốc. Do đó, việc nghiên cứu và kiểm soát dạng tinh thể trở thành đối tượng nghiên cứu quan trọng trong phát triển thuốc.

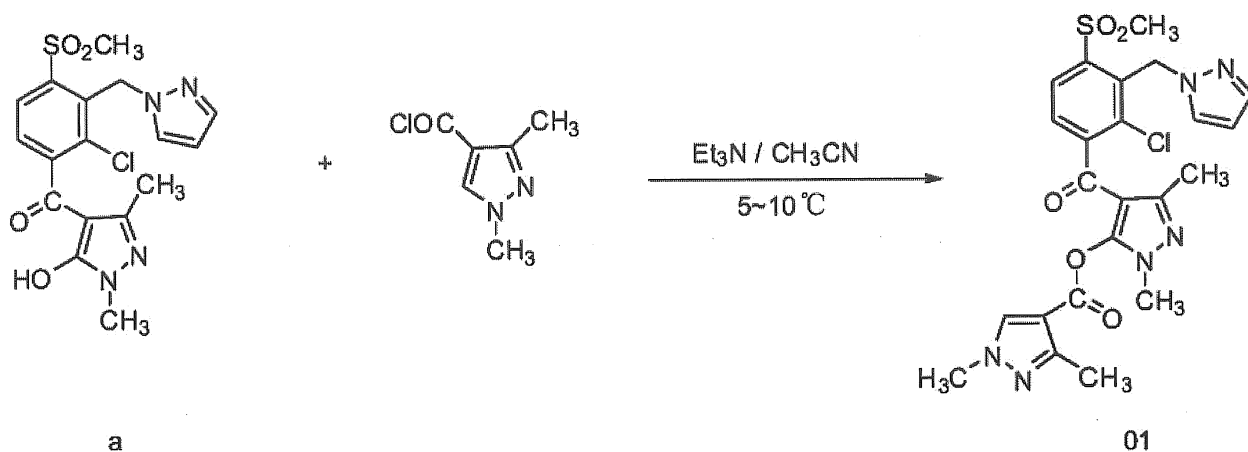
Vì triazolesulcotrion là thuốc mới được phát triển, nên hiện tại chưa có báo cáo về các dạng tinh thể của nó trong các tài liệu và patent khác nhau. Các nghiên cứu đã tìm ra rằng trong một số trường hợp, triazolesulcotrion tồn tại ở dạng tinh thể A.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C của thuốc diệt cỏ triazolesulcotrion mới, phương pháp điều chế hợp chất này. Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C có độ ổn định tốt, độ hòa tan cao và hoạt tính sinh học tương đối cao, và có thể được sử dụng để kiểm soát cỏ trên cánh đồng lúa.

Theo phương án của sáng chế, hợp chất triazolesulcotrion được điều chế với việc tham khảo phương pháp được đề cập trong CN 105503728 B, trong đó những điều sau đây được đề cập: 2,1 g (0,005 mol) hợp chất a được cân và được thêm vào bình dung tích 100 mL. 15 mL axetonitril và 1,0 g (0,010 mol) triethylamin được thêm, hỗn hợp tạo ra được khuấy trong điều kiện bể nước đá. 1,0 g (0,006 mol) 1,3-dimethylpyrazol-4-formyl clorua được cân và được hòa tan vào 10 mL axetonitril. Dung

dịch này được cho vào phễu nhỏ giọt và được chảy nhỏ giọt trong điều kiện bể nước đá. Phản ứng được theo dõi bằng HPLC cho đến khi hợp chất a được tiêu thụ hoàn toàn. 100 mL nước và 100 mL etyl axetat được thêm vào hệ phản ứng khi phản ứng được hoàn thành. Màng nước tạo ra được loại bỏ bằng cách chiết. Màng hữu cơ tạo ra được rửa 2 lần bằng 100 mL dung dịch muối bão hòa, được làm khô bằng natri sulfat khan, được cô đặc bằng bay hơi quay để thu được chất rắn màu nâu nhạt. 1,5 g chất rắn dạng bột màu nâu nhạt, tức là, hợp chất 01, thu được sau khi tinh chế bằng sắc ký cột. Hàm lượng được xác định bằng HPLC là 93,9% và hiệu suất là 53,1%. Con đường phản ứng được thể hiện trong sơ đồ dưới đây:



Các ví dụ từ 2 đến 13 tương ứng mô tả các phương pháp tổng hợp từ hợp chất 02 đến hợp chất 13 trong bảng 1, giống với ví dụ 1. Hợp chất triazolesulcotrion được mô tả trong bản mô tả này chính xác là hợp chất được mô tả trong ví dụ 3.

Triazolesulcotrion thành phần hoạt tính được điều chế trong patent nêu trên là hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A, và khi nó được hòa tan trong một loại các dung môi: metanol, etanol, isopropanol, axeton, butanon, axetonitril, tetrahydrofuran, nitrometan, etyl axetat, isopropyl axetat, rượu isoamyl, metyl tert-butyl ete, toluen, metyl isobutyl keton, n-hexan, n-heptan, dietyl ete, clorofom, ete dầu mỏ, hoặc nước, v.v... được khuấy đến hòa tan hoàn toàn, được để yên cho kết tinh hoặc được làm bay hơi chậm, và được làm khô, chỉ thu được hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A.

Trên cơ sở của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A, hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C được phát triển.

Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C được đặc trưng bởi kiểu tán xạ hạt tia X có các đỉnh đặc trưng ở 6,8, 7,6, 9,4, 11,1, 13,1, 13,5, 14,6, 15,5, 16,1, 16,9, 18,0, 19,3, 19,4, 20,9, 21,9, 23,3, 23,6, 23,8, 24,8, 25,5, 26,1, 26,8, 27,8, 28,9, 30,1, 31,3, 33,2, 34,3, và 36,0 độ 2θ , trong đó khoảng sai số của độ 2θ là $\pm 0,2^\circ$. I/I_0 tương ứng của các đỉnh đặc trưng tương ứng là 41, 87, 24,7, 100, 37,2, 26,4, 19,2, 23, 17, 29,5, 24,8, 32,7, 18, 24,1, 7,2, 12,5, 15,2, 22,4, 6,3, 9,1, 22,2, 36, 9,1, 10, 11,3, 20,6, 10,7, 5,1, và 4,6.

Tốt hơn là, kiểu tán xạ hạt tia X căn bản được thể hiện trên Fig. 2.

Phương pháp điều chế hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C bao gồm các bước sau:

hòa tan triazolesulcotrion trong diclometan,

gia nhiệt đến khi hòa tan hoàn toàn, sau đó

làm lạnh xuống dưới 25°C , để yên cho kết tinh, sau đó tiến hành lọc, hoặc

làm bay hơi tự nhiên dưới 25°C , và sau đó

làm khô tinh thể ở nhiệt độ cao $90-110^\circ\text{C}$ để thu được hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C;

theo cách khác,

hòa tan triazolesulcotrion trong dung môi đã trộn của etyl axetat, etanol và nước trong khi gia nhiệt,

sau đó tiến hành làm bay hơi tự nhiên hoàn toàn để thu được hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C.

Chế phẩm trộn có tính diệt cỏ chứa hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C và chất phụ trợ.

Tốt hơn là, chất phụ trợ được chọn từ một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm dung môi, chất pha loãng rắn, chất nhũ hóa, chất làm ẩm, chất phân tán, chất chống đông, chất khử bọt và chất làm đặc.

Dung môi bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dung môi phân cực, như nước, N,N-dimetylamin, dimetyl sulfoxit, N-alkylpyrrolidon, metanol, etanol, etylen glycol, isopropanol, etylen glycol butyl ete, propylen glycol metyl ete, v.v...; dầu dung môi thơm, như toluen, xylen, dầu dung môi số 100, dầu dung môi số 150, dầu dung môi số 180, dầu dung môi số 200, v.v...; dầu thực vật, như dầu thầu dầu, dầu lanh, dầu vừng, dầu ngô, dầu lạc, dầu hạt bông, dầu đậu tương, dầu hạt nho và dầu thực vật được metylat hóa tương ứng của chúng; keton, như xyclopentanon, xyclohexanon, xyclooctanon, 2-heptanon, isophoron và 4-hydroxy-4-metyl-2-pentanon, v.v...; axetat, như metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, sec-butyl axetat, isoamyl axetat, hexyl axetat, heptyl axetat và octyl axetat, v.v.; và các loại khác, như capramit, xyclohexanol, rượu dexyl, rượu benzyl và rượu tetrahydrofurfuryl, v.v...

Chất pha loãng rắn được chọn có thể hòa tan trong nước hoặc không hòa tan trong nước. Chất pha loãng rắn có thể hòa tan trong nước bao gồm, nhưng không giới hạn ở, muối, như phosphat kim loại kiềm (natri dihydro phosphat), phosphat kim loại kiềm thổ, sulfat của natri, kali, magie hoặc kẽm, natri clorua, kali clorua, natri axetat, natri cacbonat, natri benzoat, và đường hoặc dẫn xuất của nó, như sorbitol, lactoza, sucroza, manitol, tinh bột ngô, và tương tự. Các ví dụ về chất pha loãng rắn không hòa tan trong nước bao gồm, nhưng không giới hạn ở, đất sét, canxi cacbonat, đất diatomit, muối than trắng, canxi silicat, bentonit, magie nhôm silicat, cao lanh, và tương tự.

Chất làm ẩm bao gồm, nhưng không giới hạn ở, alkyl sulfosuxinat, laurat, alkyl sulfat, phosphat, rượu flo hóa etoxy, silicon etoxylat hóa, alkylphenol etoxylat, benzensulfonat, benzensulfonat được thế bởi alkyl, alkyl alpha-olefin sulfonat,

naphtalensulfonat, muối kim loại kiềm được tạo thành từ axit naphtalensulfonic được thế bởi alkyl, muối kim loại kiềm được tạo thành từ axit naphtalensulfonic, phần ngưng của naphtalensulfonat được thế bởi alkyl bằng formaldehyt, và etoxylat của rượu.

Chất phân tán bao gồm, nhưng không giới hạn ở, muối natri, muối canxi hoặc muối amoni được tạo thành từ axit lignosulfonic; muối natri hoặc muối amoni được tạo thành từ copolyme maleic anhydrit; muối natri được tạo thành từ axit phenolsulfonic được cô đặc; phần ngưng naphtalensulfonat-formaldehyt; chất phân tán phosphat, chất phân tán polycarboxylat, và tương tự.

Chất làm đặc bao gồm, nhưng không giới hạn ở, gôm guar, pectin, gôm xantan, alginat, metylxenluloza, hydroxyetylxenluloza, carboxymetylxenluloza, magie nhôm silicat, và tương tự. Chất làm đặc tổng hợp bao gồm dẫn xuất của các loại đã nói ở trên, và cũng bao gồm rượu polyvinyl, polyacrylamit, polyvinylpyrrolidon, các polyete khác nhau và copolyme của nó, axit polyacrylic, cũng như muối của nó.

Các thành phần bào chế khác như thuốc nhuộm, chất chống tạo bọt, chất làm khô và thành phần tương tự có thể được sử dụng trong sáng chế. Các thành phần này đã được biết rõ bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này.

Chế phẩm cũng bao gồm các thành phần có hoạt tính khác.

Thành phần có hoạt tính thích hợp có thể được trộn với hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo sáng chế là, ví dụ, hoạt chất đã biết như được mô tả trong, ví dụ, World Herbicide New Product Technology Handbook, China Agricultural Science and Farming Techniques Press, 2010.9 và trong tài liệu kỹ thuật được trích dẫn trong đó. Ví dụ về các chất khác nhau được đề cập sau đây (lưu ý: hợp chất được đặt tên bằng “tên thông thường” theo Tổ chức quốc tế về tiêu chuẩn hóa (International Organization for Standardization-ISO) hoặc bằng tên hóa học, nếu thích hợp cùng với mã số thông thường): axetochlor, butachlor, alachlor, propisochlor, metolachlor, s-metolachlor, pretilachlor, propachlor, ethachlor, napropamit, napropamit quay trái R, propanil, mefenaxet, diphenamit, diflufenican, ethaprochlor, beflubutamit,

bromobutit, dimethenamit, dimethenamit-P, etobenzanid, flufenaxet, thenylchlor, metazachlor, isoxaben, flamprop-M-metyl, flamprop-M-propyl, allidochlor, pethoxamit, chloranocryl, cyprazin, mefluidit, monalit, delachlor, prynachlor, terbuchlor, xylachlor, dimethachlor, cisanilit, trimexachlor, clomeprop, propyzamit, pentanochlor, carbetamit, benzoylprop-etyl, cyprazol, butenachlor, tebutam, benzipram, mogrton, dichlofluanid, naproanilit, diethatyl-etyl, naptalam, flufenaxet, benzadox, chlorthiamit, clophthalimit, isocarbamit, picolinafen, atrazin, simazin, prometryn, xyanatryn, simetryn, ametryn, propazin, dipropetryn, SSH-108, terbutryn, terbuthylazin, triaziflam, xyprazin, proglinazin, trietazin, prometon, simeton, aziprotryn, desmetryn, dimetametryn, procyazin, mesoprazin, sebuthylazin, secbumeton, terbumeton, methoprotryn, xyanatryn, ipazin, chlorazin, atraton, pendimethalin, eglinazin, axit xyanuric, indaziflam, chlorsulfuron, metsulfuron-metyl, bensulfuron metyl, chlorimuron-etyl, tribenuron-metyl, thifensulfuron-metyl, pyrazosulfuron-etyl, mesosulfuron, iodosulfuron-metyl natri, foramsulfuron, cinosulfuron, triasulfuron, sulfometuron metyl, nicosulfuron, ethametsulfuron-metyl, amitosulfuron, etoxysulfuron, xyclosulfamuron, rimsulfuron, azimsulfuron, flazasulfuron, monosulfuron, monosulfuron-este, flucarbazon-natri, flupyrsulfuron-metyl, halosulfuron-metyl, oxasulfuron, imazosulfuron, primisulfuron, propoxycarbazon, prosulfuron, sulfosulfuron, trifloxysulfuron, triflusulfuron-metyl, tritosulfuron, natri metsulfuron metyl, fluxetosulfuron, HNPC-C, orthosulfamuron, propyrisulfuron, metazosulfuron, acifluorfen, fomesafen, lactofen, floglycofen, oxyfluorfen, chlornitrofen, aclonifen, etoxyfen-etyl, bifenox, nitrofluorfen, chlometoxyfen, flodifen, flonitrofen, furyloxyfen, nitrofen, TOPE, DMNP, PPG1013, AKH-7088, halosafen, chlortoluron, isoproturon, linuron, diuron, dymron, fluometuron, benzthiazuron, methabenzthiazuron, cumyluron, ethidimuron, isouron, tebuthiuron, buturon, chlorbromuron, metyldymron, phenobenzuron, SK-85, metobromuron, metoxuron, afesin, monuron, siduron, fenuron, fluothiuron, neburon, cloxuron, noruron, isonoruron, 3-xyclooctyl-1, thiazfluron, tebuthiuron, difenoxuron, parafluron, metylamin tribunil, karbutilat, trimeturon, dimefuron, monisouron,

anisuron, methiuron, chloreturon, tetrafluron, phenmedipham, phenmedipham-etyl, desmedipham, asulam, terbucarb, barban, propham, chlorpropham, rowmat, swep, chlorbufam, carboxazol, chlorprocarb, fenasulam, BCPC, CPPC, carbasulam, butylat, benthioncarb, vernolat, molinat, triallat, dimepiperat, esprocarb, pyributicarb, xycloat, avadex, EPTC, ethiolat, orbencarb, pebulat, prosulfocarb, tiocarbazil, CDEC, dimexano, isopolinat, methiobencarb, 2,4-D butyl este, MCPA-Na, 2,4-D isooctyl este, MCPA isooctyl este, muôi natri 2,4-D, muôi 2,4-D dimetylamin, MCPA-thioetyl, MCPA, axit 2,4-D propionic, muôi axit 2,4-D propionic cao, axit 2,4-D butyric, axit MCPA propionic, muôi axit MCPA propionic, axit MCPA butyric, 2,4,5-D, axit 2,4,5-D propionic, axit 2,4,5-D butyric, MCPA amin muôi, dicamba, erbon, chlorfenac, saison, TBA, chloramben, metoxy-TBA, diclofop-metyl, fluazifop-butyl, fluazifop-p-butyl, haloxyfop-metyl, haloxyfop-P, quizalofop-etyl, quizalofop-p-etyl, fenoxaprop-ethy, fenoxaprop-p-etyl, propaquizafop, cyhalofop-butyl, metamifop, clodinafop-propargyl, fenthiaprop-etyl, cloazifop-propynyl, poppenat-metyl, trifopsim, isoxapyrifop, paraquat, diquat, oryzalin, ethalfluralin, isopropalin, nitralin, profluralin, prodinamin, benfluralin, fluchloralin, dinitramina, dipropalin, chlornidin, methalpropalin, dinoprop, glyphosat, anilofos, glufosinat amoni, amiprofos-metyl, sulphosat, piperophos, bialaphos-natri, bensulit, butamifos, phocarb, 2,4-DEP, H-9201, zytron, imazapyr, imazethapyr, imazaquin, imazamox, muôi imazamox amoni, imazapic, imazamethabenz-metyl, fluroxypyr, fluroxypyr isooctyl este, clopyralid, picloram, trichlopyr, dithiopyr, haloxydin, 3,5,6-triclo-2-pyridinol, thiazopyr, fluridon, aminopyralid, diflufenzopyr, triclopyr-butotyl, cliodin, setoxydim, clethodim, xycloxydim, aloxydim, clefoxydim, butroxydim, tralkoxydim, tepraloxym, buthidazol, metribuzin, hexazinon, metamitron, ethiozin, ametrion, amibuzin, bromoxynil, bromoxynil octanoat, ioxynil octanoat, ioxynil, dichlobenil, diphenatril, pyraclonil, cloxynil, iodobonil, flumetsulam, florasulam, penoxsulam, metosulam, cloransulam-metyl, diclosulam, pyroxsulam, benfuresat, bispyribac-natri, pyribenzoxim, pyriftalid, pyriminobac-metyl, pyriithiobac-natri, benzobixylon, mesotrion, sulcotrion, tembotrion, tefuryltrion, bixyclopyron, ketodpiradox, isoxaflutol,

clomazon, fenoxasulfon, methiozolin, fluazolat, pyraflufen-etyl, pyrazolynat, difenzoquat, pyrazoxyfen, benzofenap, nipyraclufen, pyrasulfotol, topramezon, pyroxasulfon, cafenstrol, flupoxam, aminotriazol, amicarbazon, azafenidin, carfentrazon-etyl, sulfentrazon, bencarbazon, benzfendizon, butafenaxil, bromaxil, isoxil, lenaxil, terbaxil, flupropaxil, xinidon-etyl, flumiclorac-pentyl, flumioxazin, propyzamit, MK-129, flumezin, pentaclophenol, dinoseb, dinoterb, dinoterb axetat, dinosam, DNOC, clonitrophen, medinoterb axetat, dinofenat, oxadiargyl, oxadiazon, pentoxazon, flufenaxet, fluthiaxet-metyl, fentrazamit, flufenpyr-etyl, pyrazon, brompyrazon, metflurazon, kusakira, dimidazon, oxapyrazon, norflurazon, pyridafol, quinclorac, quinmerac, bentazon, pyridat, oxaziclomefon, benazolin, clomazon, xinmetylin, ZJ0702, pyribambenz-propyl, indanofan, natri chlorat, dalapon, axit tricloaxetic, axit monocloaxetic, hexacloaxeton, flupropanat, xyperquat, bromofenoxim, epronaz, methazol, flurtamon, benfuresat, ethofumesat, tioclorim, chlorthal, flochloridon, tavron, acrolein, bentranil, tridiphan, chlorfenpropmetyl, thidiazuronaimin, phenisopham, busoxinon, metoxyphenon, saflufenaxil, clacyfos, clopon, alorac, diethamquat, etnipromid, iprymidam, ipfencarbazon, thiencarbazon-metyl, pyrimisulfan, chlorflurazol, tripropindan, sulglycapin, prosulfalin, cambendichlor, aminoxyclopyrachlor, rodethanil, benoxacor, fenclorim, flurazol, fenchlorazol-etyl, cloquintoxet-mexyl, oxabetrinil, MG/91, xyometrinil, DKA-24, mefenpyr-dietyl, furilazol, fluxofenim, isoxadifen-etyl, dichlormid, halauxifen-metyl, DOW 848, UBH-509, D489, LS 82-556, KPP-300, NC-324, NC-330, KH-218, DPX-N8189, SC-0744, DOWCO535, DK-8910, V-53482, PP-600, MBH-001, KIH-9201, ET-751, KIH-6127 và KIH-2023. Và đã được xác minh bằng thử nghiệm rằng việc đồng ứng dụng của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo sáng chế với một hoặc nhiều thuốc diệt cỏ đã đề cập ở trên có tác dụng hiệp đồng và hiệp trợ rõ ràng.

Tốt hơn là, các thành phần có hoạt tính khác bao gồm, nhưng không giới hạn ở, một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm isoproturon, propanil, bentazon, xyhalofop-butyl, butachlor, quinclorac, mesotrion, pyraclonil, bromoxynil octanoat,

clomazon, anilofos và carfentrazone-ethyl.

Tổng khối lượng của các thành phần có hoạt tính trong chế phẩm là nằm trong khoảng 75%, tốt hơn là trong khoảng 50%.

Dạng liều lượng của chế phẩm là đậm đặc huyền phù (SC), phân tán dầu (OD), đậm đặc nhũ hóa (EC), vi nhũ tương (ME), hạt nhỏ (GR), nhũ tương-huyền phù (SE) hoặc hạt nhỏ phân tán được trong nước (WDG).

Việc sử dụng hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C hoặc chế phẩm trộn có tính diệt cỏ để kiểm soát cỏ gramineae và một số cỏ có lá rộng trên cánh đồng lúa.

Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo sáng chế đã được thử nghiệm để có độ ổn định tốt, nghĩa là, sau khi bảo quản 2 tháng ở nhiệt độ cao 70°C, dạng tinh thể không bị biến đổi, và độ tinh khiết cơ bản không bị suy giảm. Độ hòa tan trong nước là gần gấp đôi. Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C hoặc chế phẩm được trộn với các thành phần có hoạt tính khác có tác dụng kiểm soát tốt hơn đối với cỏ gramineae và một số cỏ có lá rộng trên cánh đồng lúa, và rõ ràng là tốt hơn hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 thể hiện mẫu XRPD của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A của ví dụ 1 theo sáng chế.

Fig. 2 thể hiện mẫu XRPD của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C của ví dụ 2 theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các nội dung nêu trên của sáng chế sẽ được minh họa chi tiết cùng với việc tham khảo các ví dụ kèm theo đây, nhưng cần hiểu rằng phạm vi của các đối tượng sáng chế nêu trên không bị hạn chế ở các ví dụ thực hiện này, và tất cả các dấu hiệu kỹ thuật dựa vào các nội dung nêu trên của sáng chế đều thuộc phạm vi của sáng chế.

Phương pháp xác định XRPD

Mô hình dụng cụ: Bruker D8 cải tiến, đích: Cu K α (40kV, 40mA), khoảng cách từ mẫu đến bộ dò: 30 cm, khoảng quét: 3°-40° (giá trị 2 θ), kích thước bước quét: 0,05 giây.

Ví dụ 1

Nguyên liệu kỹ thuật triazolesulcotrion được chuẩn bị theo phương pháp được mô tả trong CN 105503728 B. 3000 g nguyên liệu kỹ thuật triazolesulcotrion được đặt trong bình dung tích 10 L, 5 L axeton được thêm vào bình này. Hỗn hợp tạo ra được gia nhiệt đến 50°C và được khuấy cho đến khi nguyên liệu được hòa tan hoàn toàn, sau đó được làm lạnh xuống 0°C và được để yên trong 2 giờ. Chất rắn được lọc ra, cho qua làm khô bằng khí ở 30°C dưới áp suất khí quyển trong 5 giờ để thu được bột của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A. Theo cách khác, bột của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A cũng có thể thu được bằng cách để bay hơi tự nhiên dung môi đến khô.

Ví dụ 2

2000 g hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A của nguyên liệu kỹ thuật triazolesulcotrion được đặt trong bình dung tích 10 L, 5 L diclometan được thêm vào bình này. Hỗn hợp tạo ra được gia nhiệt và được khuấy cho đến khi các nguyên liệu ban đầu được hòa tan hoàn toàn, sau đó được để lạnh từ từ đến nhiệt độ khoảng 10°C và được để yên trong 1 giờ, sau đó là lọc để tạo ra chất dạng tinh thể, chất này được làm khô ở 110°C trong 1 giờ để thu được bột của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C.

Ví dụ 3

2000 g hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A của nguyên liệu kỹ thuật triazolesulcotrion được đặt trong bình dung tích 10 L, 3 L etyl axetat, 3 L etanol và 1 L nước được thêm vào bình này. Hỗn hợp tạo ra được khuấy cho đến khi các nguyên liệu

ban đầu được hòa tan hoàn toàn. Dung môi được làm bay hơi từ nhiên và được làm bay hơi hoàn toàn để thu được bột của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C.

Thử nghiệm độ ổn định hóa lý

Ba loại bột của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A thu được trong ví dụ 1 và hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C thu được trong các ví dụ 2 và 3 được xác định bằng HPLC, và nó thể hiện hàm lượng của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A và hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C đều bằng 95,0%. Sau đó, ba loại bột này được đặt vào trong lò ở nhiệt độ lần lượt bằng 25°C, 40°C, 55°C và 70°C, và được để trong 2 tháng cho thử nghiệm bảo quản nhiệt, sau đó dạng tinh thể và độ tinh khiết được thử nghiệm. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1 dưới đây:

Bảng 1 Nghiên cứu độ ổn định của các dạng tinh thể khác nhau của triazolesulcotrion

Các mẫu	Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A theo ví dụ 1		Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo ví dụ 2		Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo ví dụ 3	
	Dạng tinh thể	Độ tinh khiết	Dạng tinh thể	Độ tinh khiết	Dạng tinh thể	Độ tinh khiết
25°C	Dạng tinh thể A	95,0%	Dạng tinh thể C	95,0%	Dạng tinh thể C	95,0%
40°C	Dạng tinh thể A	94,6%	Dạng tinh thể C	95,0%	Dạng tinh thể C	95,0%
55°C	Dạng tinh thể A	94,5%	Dạng tinh thể C	94,6%	Dạng tinh thể C	94,6%
70°C	Dạng tinh thể A	94,0%	Dạng tinh thể C	94,2%	Dạng tinh thể C	94,2%

Có thể thấy từ bảng 1 rằng hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A và hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C có độ ổn định rất tốt ở các điều kiện nhiệt độ

khác nhau, đặc biệt là hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C vẫn giữ được độ ổn định hóa lý rất tốt ở nhiệt độ tương đối cao là 70°C, và không quan sát thấy sự biến đổi, và thậm chí là hơi tốt hơn so với hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A trong thử nghiệm độ tinh khiết, mà thể hiện triển vọng ứng dụng đầy hứa hẹn.

Xác định độ hòa tan trong nước

Ba loại bột của hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A thu được trong ví dụ 1 và hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C thu được trong ví dụ 2 và 3 được hòa tan trong nước tinh khiết và được lắc ở 25°C trong 24 giờ để hòa tan hoàn toàn, sau đó được lọc bằng giấy lọc. Phần dịch lọc được cho qua màng lọc kích cỡ 0,22 µm, và được pha loãng trong chất rửa giải, sau đó xác định độ hòa tan trong nước bằng HPLC, và các kết quả được thể hiện trong Bảng 2 dưới đây:

Bảng 2 Các kết quả thử nghiệm về độ hòa tan trong nước của ba dạng tinh thể khác nhau của triazolesulcotrion

Các mẫu	Độ hòa tan trong nước tinh khiết (mg/L)
Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A theo ví dụ 1	6,1
Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo ví dụ 2	10,4
Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo ví dụ 2	10,5

Như có thể được quan sát thấy từ các kết quả của bảng 2, hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C có độ hòa tan tăng đáng kể so với hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A.

Xử lý chế phẩm và thử nghiệm hiệu quả trên cánh đồng theo ví dụ 1 và ví dụ 2

Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A thu được trong ví dụ 1 và hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C thu được trong ví dụ 2 được xử lý thành các chế phẩm sau theo công thức giống nhau, và các công thức cụ thể là như sau:

5% triazolesulcotrion OD

5% triazolesulcotrion + 5% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 8% chất nhũ hóa, phenetyl phenol polyoxyetylen ete + 4% chất nhũ hóa, polyoxyetylen ete dầu thầu dầu + 2,5% chất làm đặc, bentonit hữu cơ + 2% chất làm đặc, silic oxit bốc khói + 20% môi trường phân tán, dầu đậu tương + còn lại là môi trường phân tán, metyl oleat

16% triazolesulcotrion·cyhalofop-butyl OD

6% triazolesulcotrion + 10% cyhalofop-butyl + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 7% chất nhũ hóa, phenetyl phenol polyoxyetylen ete + 5% chất nhũ hóa, polyoxyetylen ete dầu thầu dầu + 2,5% chất làm đặc, bentonit hữu cơ + 2% chất làm đặc, silic oxit bốc khói + 20% dầu dung môi số 100 + còn lại là môi trường phân tán, metyl oleat

30% triazolesulcotrion bentazon WP

5% triazolesulcotrion + 25% bentazon + 10% chất phân tán, natri lignosulphonat + 3% tác nhân làm ẩm, natri lauryl sulfat + 10% chất độn, muội than trắng + còn lại là chất độn, cao lanh

10% triazolesulcotrion SC

10% triazolesulcotrion + 4% chất phân tán, phenetyl phenol polyoxyetylen ete phosphat muối trietanolamin + 2% tác nhân làm ẩm, natri dodexyl benzen sulfonat + 0,25% chất làm đặc, gôm xantan + 0,5 % chất làm đặc, carboxymetyl xenluloza + 5% tác nhân chống đông, glyxerol + 0,1% tác nhân chống bọt, dầu silicon + còn lại là nước

25% triazolesulcotrion butachlor ME

3% triazolesulcotrion + 22% butachlor + 20% xyclohexanon + 5% etanol + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 12% chất nhũ hóa, phenetyl phenol polyoxyetylen ete + 5% chất nhũ hóa, chất cô đặc nhựa phenetyl phenol polyoxyetylen ete formaldehyt + còn lại là nước

40% triazolesulcotrion·quinclorac WDG

6% triazolesulcotrion + 34% quinclorac + 10% chất phân tán, polycarboxylat + 3% tác nhân làm ẩm, natri lauryl sulfat + 10% chất độn, muối than trắng + còn lại là chất độn, cao lanh

10% triazolesulcotrion isoproturon OD

6% triazolesulcotrion + 4% isoproturon + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 7% chất nhũ hóa, nonyl phenol polyoxyetylen ete + 5% chất nhũ hóa, polyoxyetylen ete của rượu béo + 2% chất làm đặc, bentonit hữu cơ + 2 % chất làm đặc, silic oxit bốc khói + còn lại là môi trường phân tán, metyl oleat

4% triazolesulcotrion amicarbazone GR

3% triazolesulcotrion + 1% amicarbazone + 2% tác nhân làm ẩm, natri lauryl sulfat + 4% chất phân tán, naphtalen sulfonat - chất cô đặc formaldehyt + còn lại là chất độn, đất diatomit

Thử nghiệm hiệu quả trên cánh đồng: Trong giai đoạn sau khi lúa có 3 lá, và *Echinochloa crus-galli* (các hạt được thu gom ở Changsha, Hunan) và *Leptochloa chinensis* (các hạt được thu gom ở Gong'an, Hubei) là ở giai đoạn 3-4 lá, các chế phẩm được phun đều lên thân và lá bằng thiết bị phun bằng tay với tỷ lệ sử dụng là 30 kg nước/667 m² trên diện tích là 50 m². Mỗi lần xử lý được lặp lại 4 lần, và tác dụng kiểm soát cây trung bình (kiểm tra bằng mắt) được nghiên cứu sau 45 ngày, mà đã được thể hiện trong bảng 3.

Bảng 3 Tác dụng kiểm soát của chế phẩm ở các dạng tinh thể khác nhau của triazolesulcotrion đối với cỏ khi trực tiếp gieo mầm trên cánh đồng lúa (%) - tác dụng kiểm soát sau 45 ngày sử dụng

Chế phẩm (triazolesul cotrion ở dạng tinh thể C)	Tỷ lệ sử dụng g/hm ²	Tác dụng kiểm soát đối với Echinochloa crus-galli (%)	Tác dụng kiểm soát đối với Leptochloa chinensis (%)	Chế phẩm (triazolesul cotrion ở dạng tinh thể A)	Tỷ lệ sử dụng g/hm ²	Tác dụng kiểm soát đối với Echinochloa crus-galli (%)	Tác dụng kiểm soát đối với Leptochloa chinensis (%)
5% triazolesulc otrion OD ở dạng tinh thể C	45	85,5	70,3	5% triazolesul cotrion OD ở dạng tinh thể A	45	45,5	36,5
16% triazolesulc otrion·xyh alofop- butyl OD ở dạng tinh thể C	120	95,1	88,9	16% triazolesul cotrion·xy halofop- butyl OD ở dạng tinh thể A	120	61,3	45,2
30% triazolesulc otrion bentazon WP ở dạng tinh thể C	225	87,5	70,6	30% triazolesul cotrion bentazon WP ở dạng tinh thể A	225	40,1	35,3

10% triazolesulcotrion SC ở dạng tinh thể C	45	76,5	59,4	10% triazolesulcotrion SC ở dạng tinh thể A	45	30,2	31,5
25% triazolesulcotrion butachlor ME ở dạng tinh thể C	750	94,3	85,6	25% triazolesulcotrion butachlor ME ở dạng tinh thể A	750	67,3	50,4
40% triazolesulcotrion quinclorac WDG ở dạng tinh thể C	300	92,5	82,3	40% triazolesulcotrion quinclorac WDG ở dạng tinh thể A	300	60,7	40,4
10% triazolesulcotrion isoproturon OD ở dạng tinh thể C	75	96,5	90,5	10% triazolesulcotrion isoproturon OD ở dạng tinh thể A	75	70,2	68,7
4% triazolesulcotrion	60	98,7	95,4	4% triazolesulcotrion	60	76,3	73,2

amicarbazon GR ở dạng tinh thể C				amicarbazon ở dạng tinh thể A			
----------------------------------	--	--	--	-------------------------------	--	--	--

Lưu ý: Echinochloa crus-galli thể hiện khả năng chống chịu với quinclorac đến mức độ nhất định ở đồ thị thử nghiệm, và 225 g/hm² quinclorac có tác dụng kiểm soát <10% kháng Echinochloa crus-galli.

Xử lý chế phẩm và thử nghiệm hiệu quả trên cánh đồng theo ví dụ 1 và ví dụ 3

Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A thu được trong ví dụ 1 và hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C thu được trong ví dụ 3 được xử lý thành các chế phẩm sau theo công thức giống nhau, và các công thức cụ thể là như sau:

36% triazolesulcotrion pretilachlor EC

6% triazolesulcotrion + 30% pretilachlor + 10% xyclohexanon + 10% N-metyl pyrrolidon + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 12% chất nhũ hóa, nonyl phenol polyoxyetylen ete + 2% chất nhũ hóa, chất cô đặc nhựa phenetyl phenol polyoxyetylen ete formaldehyt + còn lại là dung môi, dầu dung môi số 100

4% triazolesulcotrion pyraclonil OD

3% triazolesulcotrion + 1% pyraclonil + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 7% chất nhũ hóa, nonyl phenol polyoxyetylen ete + 5% chất nhũ hóa, polyoxyetylen ete dầu thầu dầu + 2% chất làm đặc, bentonit hữu cơ + 2% chất làm đặc, silic oxit bốc khói + còn lại là môi trường phân tán, metyl oleat

15% triazolesulcotrion bromoxynil octanoat ME

5% triazolesulcotrion + 10% bromoxynil octanoat + 20% xyclohexanon + etanol 5% + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 12% chất nhũ hóa,

phenetyl phenol polyoxyetylen ete + 5% chất nhũ hóa, chất cô đặc nhựa phenetyl phenol polyoxyetylen ete formaldehyt + còn lại là nước

7% triazolesulcotrion·florpyrauxifen-benzyl EC

6% triazolesulcotrion + 1% florpyrauxifen-benzyl + 15% xyclohexanon + 10% N-metyl pyrrolidon + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 10% chất nhũ hóa, nonyl phenol polyoxyetylen ete + 2% chất nhũ hóa, chất cô đặc nhựa phenetyl phenol polyoxyetylen ete formaldehyt + còn lại là dung môi, dầu dung môi số 100

6% triazolesulcotrion mesotrion SC

5% triazolesulcotrion + 1% mesotrion + 4% tác nhân phân tán, muối phenetyl phenol polyoxyetylen ete phosphat trietanolamin + 2% chất làm ẩm, natri dodexyl benzen sulfonat + 0,25% chất làm đặc, gồm xantan + 0,5 % chất làm đặc, magie nhôm silicat + 5% chất chống đông, glyxerol + 0,1% chất chống tạo bọt, dầu silicon + còn lại là nước

10% triazolesulcotrion clomazon SE

5% triazolesulcotrion + 5% clomazon + 4% tác nhân phân tán, muối phenetyl phenol polyoxyetylen ete phosphat trietanolamin + 6% chất nhũ hóa, nonyl phenol polyoxyetylen ete + 0,2% chất làm đặc, gồm xantan + 0,5 % chất làm đặc, magie nhôm silicat + 5% chất chống đông, glyxerol + 0,1% chất chống tạo bọt, dầu silicon + còn lại là nước

16% triazolesulcotrion anilofos OD

6% triazolesulcotrion + 10% anilofos + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 7% chất nhũ hóa, phenetyl phenol polyoxyetylen ete + 5% chất nhũ hóa, rượu béo polyoxyetylen ete + 2,6% chất làm đặc, bentonit hữu cơ + 2% chất làm đặc, silica được xông khói + còn lại là môi trường phân tán, metyl oleat

6% triazolesulcotrion carfentrazone-etyl OD

5% triazolesulcotrion + 1% carfentrazone-ethyl + 6% chất nhũ hóa, canxi dodexyl benzen sulfonat + 7% chất nhũ hóa, phenetyl phenol polyoxyetylen ete + 5% chất nhũ hóa, rượu béo polyoxyetylen ete + 3% chất làm đặc, bentonit hữu cơ + 2% chất làm đặc, silica được xông khói + còn lại là môi trường phân tán, metyl oleat

Thử nghiệm hiệu quả trên cánh đồng: Trong giai đoạn sau khi lúa có 3 lá, và *Echinochloa crus-galli* (các hạt được thu gom ở Changsha, Hunan) và *Leptochloa chinensis* (các hạt được thu gom ở Gong'an, Hubei) ở giai đoạn 3-4 lá, các chế phẩm được phun đều lên thân và lá bằng thiết bị phun bằng tay với tỷ lệ sử dụng là 30 kg nước/667 m² trên diện tích là 50 m². Mỗi lần xử lý được lặp lại 4 lần sử dụng, và tác dụng kiểm soát cây trung bình (kiểm tra bằng mắt) được nghiên cứu sau 45 ngày, mà được thể hiện trong bảng 4.

Bảng 4 Tác dụng kiểm soát của chế phẩm ở các dạng tinh thể khác nhau của triazolesulcotrion đối với cỏ khi trực tiếp gieo mầm trên cánh đồng lúa (%) - tác dụng kiểm soát sau 45 ngày sử dụng

Chế phẩm (triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C)	Tỷ lệ sử dụng g/hm ²	Tác dụng kiểm soát đối với <i>Echinochloa crus-galli</i> (%)	Tác dụng kiểm soát đối với <i>Leptochloa chinensis</i> (%)	Chế phẩm (triazolesulcotrion ở dạng tinh thể A)	Tỷ lệ sử dụng g/hm ²	Tác dụng kiểm soát đối với <i>Echinochloa crus-galli</i> (%)	Tác dụng kiểm soát đối với <i>Leptochloa chinensis</i> (%)
36% triazolesulcotrion pretilachlor EC ở dạng tinh thể C	270	92,5	80,3	36% triazolesulcotrion pretilachlor EC ở dạng tinh thể A	270	56,4	45,6

4% triazolesul cotrion pyraclozil OD ở dạng tinh thể C	60	95,4	89,4	4% triazolesul cotrion pyraclozil OD ở dạng tinh thể A	60	73,1	65,6
15% triazolesul cotrion·br omoxynil octanoat ME ở dạng tinh thể C	112,5	91,9	82,6	15% triazolesul cotrion·bro moxynil octanoat ME ở dạng tinh thể A	112,5	59,7	40,3
7% triazolesul cotrion·flo rpyrauxife n-benzyl EC ở dạng tinh thể C	52,5	94,6	78	7% triazolesul cotrion·flo rpyrauxife n-benzyl EC ở dạng tinh thể A	52,5	50,2	37,6
6% triazolesul cotrion mesotrion SC ở dạng tinh thể C	45	90,7	90,5	6% triazolesul cotrion mesotrion SC ở dạng tinh thể A	45	53,2	60,7

10% triazolesul cotrion clomazon SE ở dạng tinh thể C	75	91,2	85,8	10% triazolesul cotrion clomazon SE ở dạng tinh thể A	75	58,3	46,2
16% triazolesul cotrion anilofos OD ở dạng tinh thể C	120	95,4	86,3	16% triazolesul cotrion anilofos OD ở dạng tinh thể A	120	63,6	50,2
6% triazolesul cotrion Carfentraz on-etyl OD ở dạng tinh thể C	45	94,1	80,1	6% triazolesul cotrion Carfentraz on-etyl OD ở dạng tinh thể A	45	50,6	37,9

Lưu ý: Echinochloa crus-galli thể hiện khả năng chống chịu với quinclorac đến mức độ nhất định ở đồ thị thử nghiệm, và 225 g/hm² quinclorac có tác dụng kiểm soát <10% kháng Echinochloa crus-galli.

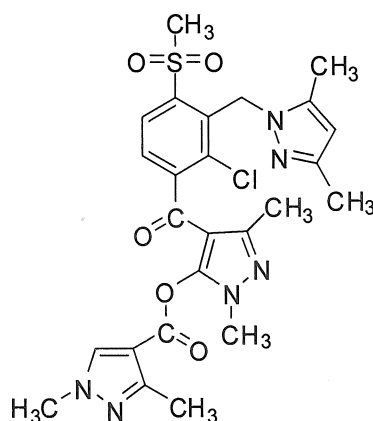
Các nguyên lý, dấu hiệu chính và ưu điểm đáng kể của sáng chế được mô tả ở các ví dụ trên. Người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này cần hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ trên. Các ví dụ và mô tả nêu trên chỉ nhằm

mục đích minh họa nguyên lý của sáng chế. Sáng chế có thể có thay đổi và cải tiến khác nhau mà không xa rời nguyên tắc của sáng chế, tất cả các sửa đổi và cải tiến này đều nằm trong phạm vi của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C, được đặc trưng bởi kiểu tán xạ hạt tia X có các đỉnh đặc trưng ở 6,8, 7,6, 9,4, 11,1, 13,1, 13,5, 14,6, 15,5, 16,1, 16,9, 18,0, 19,3, 19,4, 20,9, 21,9, 23,3, 23,6, 23,8, 24,8, 25,5, 26,1, 26,8, 27,8, 28,9, 30,1, 31,3, 33,2, 34,3, và 36,0 độ 2 θ , trong đó khoảng sai số của độ 2 θ là $\pm 0,2^\circ$,

và triazolesulcotrion có công thức:



2. Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo điểm 1, trong đó I/I₀ tương ứng của các đỉnh đặc trưng tương ứng là 41, 87, 24,7, 100, 37,2, 26,4, 19,2, 23, 17, 29,5, 24,8, 32,7, 18, 24,1, 7,2, 12,5, 15,2, 22,4, 6,3, 9,1, 22,2, 36, 9,1, 10, 11,3, 20,6, 10,7, 5,1, và 4,6.

3. Hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó kiểu tán xạ hạt tia X căn bản được thể hiện trên Fig. 2.

4. Phương pháp điều chế hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, phương pháp này bao gồm các bước sau:

hòa tan triazolesulcotrion trong diclometan,

gia nhiệt để hòa tan hoàn toàn, sau đó

làm mát xuống dưới 25°C, để yên cho kết tinh, sau đó tiến hành lọc, hoặc

làm bay hơi tự nhiên ở dưới 25°C, và sau đó

làm khô tinh thể ở nhiệt độ cao 90-110°C để thu triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C.

5. Phương pháp điều chế hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, phương pháp này bao gồm bước hòa tan triazolesulcotrion trong dung môi đã trộn của etyl axetat, etanol và nước trong khi gia nhiệt, sau đó tiến hành làm bay hơi tự nhiên hoàn toàn để thu hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C.

6. Chế phẩm trộn có tính diệt cỏ, chứa hợp chất triazolesulcotrion ở dạng tinh thể C theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, và chất phụ trợ, tốt hơn là, chất phụ trợ này là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm dung môi, chất pha loãng rắn, chất nhũ hóa, chất làm ẩm, chất phân tán, chất chống đông, chất khử bọt và chất làm đặc.

7. Chế phẩm trộn có tính diệt cỏ theo điểm 6, trong đó chế phẩm này còn chứa các thành phần hoạt tính khác, tốt hơn là, các thành phần hoạt tính khác này là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm isoproturon, propanil, bentazon, cyhalofop-butyl, butachlor, quinclorac, mesotrion, pyraclonil, bromoxynil octanoat, clomazon, anilofos và carfentrazone-ethyl.

8. Chế phẩm trộn có tính diệt cỏ theo điểm 7, trong đó tổng khối lượng của các thành phần hoạt tính trong chế phẩm này nằm trong khoảng 75%, tốt hơn là nằm trong khoảng 50%.

9. Chế phẩm trộn có tính diệt cỏ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 8, trong đó chế phẩm này ở trong dạng đậm đặc huyền phù, phân tán dầu, đậm đặc nhũ tương, vi nhũ tương, hạt, nhũ tương-huyền phù hoặc hạt phân tán trong nước.

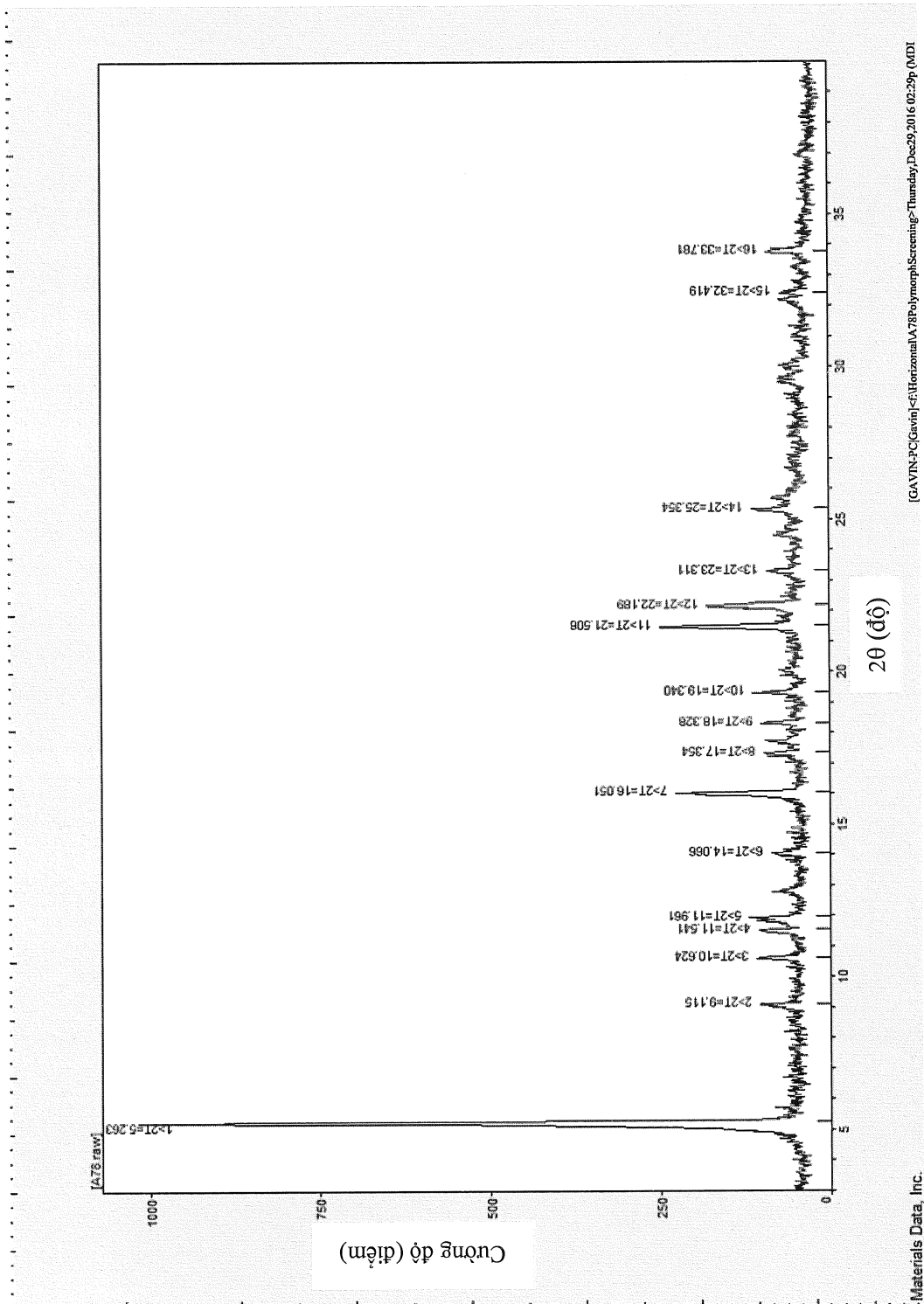
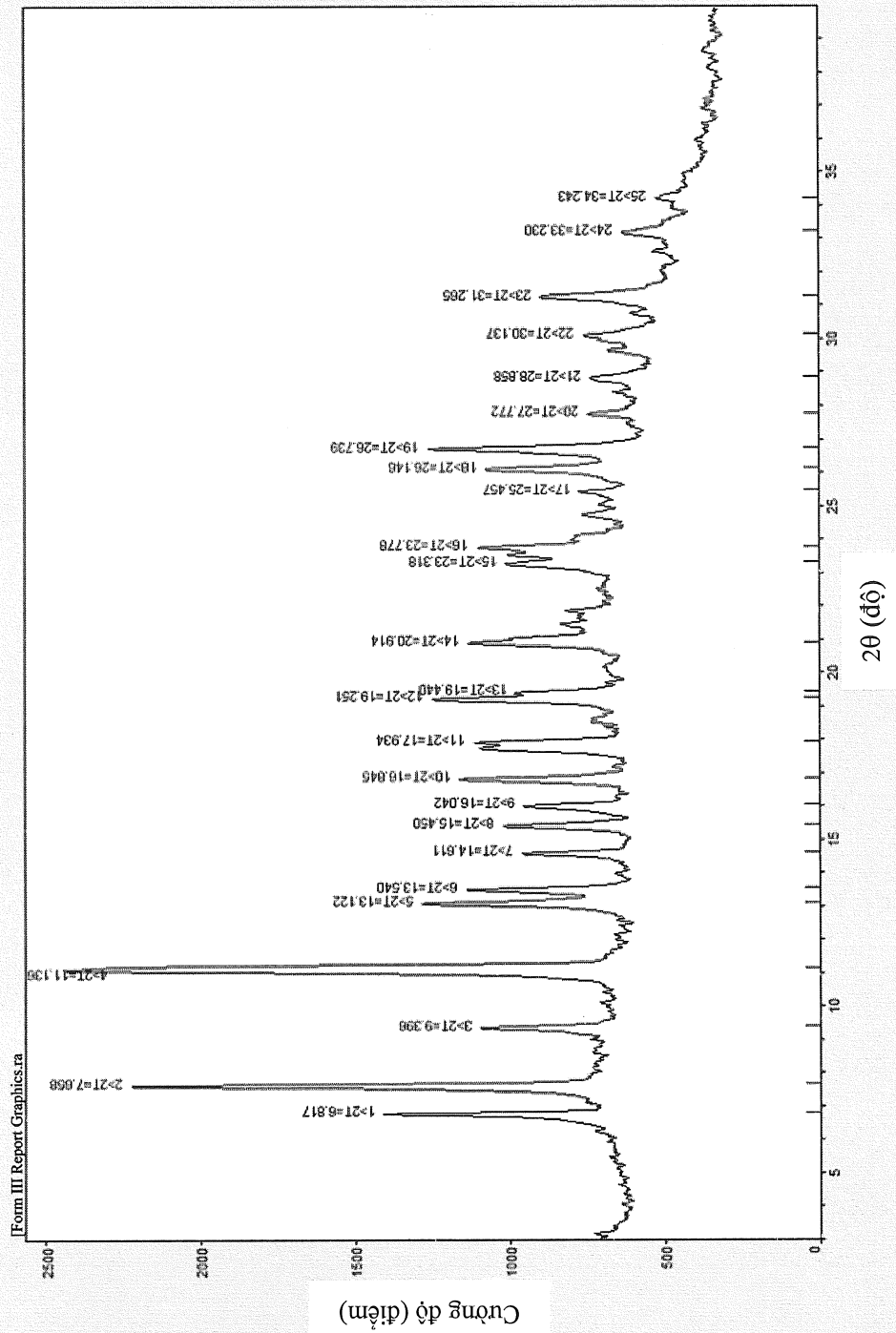


Fig. 1

1/2



[GAVIN-PC(Gavin)-F:\Horizontal\178\PolyMorphScreening\Thursday, Dec 29, 2016 02:29p (MDI

Fig. 2

2/2