



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0038812

(51)⁷ A01N 27/00; A01N 25/30; A01P 7/04; (13) B
A01P 7/02; A01N 25/04

(21) 1-2017-01669 (22) 20/10/2015
(86) PCT/EP2015/074267 20/10/2015 (87) WO 2016/062718 28/04/2016
(30) 14189557.3 20/10/2014 EP
(45) 26/02/2024 431 (43) 27/11/2017 356A
(73) ARYSTA LIFESCIENCE BENELUX SPRL (BE)
Rue de Renory 26, bte 1 B-4102 Seraing (Ougrée), Belgium
(72) PIROTTE, Alan (BE).
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) CHẾ PHẨM DIỆT CÔN TRÙNG CHỨA LIMONEN VÀ PHƯƠNG PHÁP DIỆT
ACARI HOẶC VE, COCCOIDEA HOẶC RỆP VẢY VÀ ALERODIDAE HOẶC
RUỒI TRẮNG

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm diệt côn trùng, ở dạng đậm đặc nhũ hóa được, chứa thành phần hoạt tính là limonen với lượng lớn hơn 50% và hệ chất hoạt động bề mặt có chất thấm ướt anion và chất hoạt động bề mặt polyme không ion và có dung môi với lượng nhỏ hơn 10% trọng lượng. Chế phẩm có thành phần hoạt tính có nguồn gốc từ thiên nhiên với lượng nạp cao vẫn ổn định, tốt hơn là ngay cả khi được bảo quản lạnh. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp diệt *Acari* hoặc ve, *Coccoidea* hoặc rệp vảy và *Aleyrodidae* hoặc ruồi trắng bằng chế phẩm chứa limonen này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực kỹ thuật là hợp chất hóa nông có nguồn gốc từ sản xuất tự nhiên. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến việc sử dụng limonen. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp điều chế limonen có độ đậm đặc cao, ổn định khi bảo quản, ngay cả trong môi trường lạnh. Nó có thể được sử dụng làm thuốc diệt côn trùng hoặc thuốc diệt ve, cụ thể là chống ve hoặc rệp vẩy.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Có thể triển khai sản xuất một cách kinh tế, yếu tố quan trọng là phải có chế phẩm đậm đặc nhũ hóa được, chứa thành phần có hoạt tính diệt loài gây hại với lượng nạp lớn. Chế phẩm EC thường chứa thành phần có hoạt tính diệt loài gây hại, chất hoạt động bề mặt nhũ hóa và dung môi.

Vấn đề nảy sinh do lượng thành phần hoạt tính cao là các chế phẩm này dễ hình thành chất kết lắng của thành phần hoạt tính khi được bảo quản lạnh.

Chất hoạt động bề mặt polyme đã được dùng phổ biến trong chế phẩm dạng đậm đặc nhũ hóa được. Việc sử dụng chúng trong chế phẩm EC có lượng nạp cao bị hạn chế do chúng đặc biệt nhạy với môi trường lạnh và hình thành chất kết lắng.

Việc hình thành chất kết lắng có thể dẫn đến việc hao hụt thành phần hoạt tính trong thùng phun và làm tắc thiết bị phun, ví dụ, vòi phun.

Do đó, có nhu cầu về chế phẩm nhũ hóa được cải tiến.

Ngoài ra, một vấn đề khác cần quan tâm nhiều hơn là việc thay thế các thành phần tổng hợp có hoạt tính diệt loài gây hại bằng các thành phần có nguồn gốc từ thiên nhiên.

Do đó, có nhu cầu về chế phẩm nhũ hóa được chứa thành phần hoạt tính có nguồn gốc từ thiên nhiên; tốt hơn là làm thành phần hoạt tính duy nhất có trong chế phẩm.

Thành phần hoạt tính được thử nghiệm để sử dụng trong chế phẩm nhũ hóa được để dùng làm thuốc diệt loài gây hại là limonen. Limonen có thể thu được từ dịch chiết vỏ quả họ cam. Thành phần này có mặt với nồng độ cao trong dầu của quả họ cam, dầu chanh vàng, dầu cam, dầu chanh xanh, dầu bưởi và dầu quýt. Đặc biệt là dầu cam có hàm lượng limonen cao, thường ít nhất là 90%.

Tuy nhiên, limonen có xu hướng bị oxy hóa khi tiếp xúc với không khí hoặc oxy. Việc oxy hóa limonen làm giảm hiệu quả của nó khi làm thuốc diệt loài gây hại, rút ngắn thời hạn sử dụng và tạo ra các sản phẩm phụ không mong muốn.

EP 1 657 979 mô tả thuốc diệt côn trùng sẵn sàng sử dụng chứa thành phần hoạt tính là ít nhất 0,01% thuốc diệt côn trùng, ít nhất là 0,1% limonen, chất hoạt động bề mặt, ít nhất là 20% nước và dung môi hydrocarbon. Thuốc diệt côn trùng này là pyrethroid tổng hợp, pyrethrum tự nhiên, hoặc phosphat hữu cơ. Khả năng sử dụng limonen làm thành phần hoạt tính duy nhất vẫn chưa được biết đến. Ngoài ra, cũng mong muốn thay thế được dung môi hydrocarbon trong chế phẩm hóa nông, do sự có mặt của chúng khiến cho các sản phẩm có thể bị phân loại vào các nhóm không mong muốn. Ví dụ, dung môi hydrocarbon thơm, đã được biết đến là Solvesso 200, là chất bị nghi ngờ gây ung thư như được báo cáo theo công bố nguy cơ H351. Các loại khác trong họ dung môi quan trọng này được phân loại là nguy cơ khi hít phải, hạng 1 (có thể gây tai nạn nếu nuốt phải và đi vào đường thở).

EP 2 200 429 mô tả chế phẩm chứa dầu gốc terpen ở nồng độ cao, chất ổn định, chất chelat hóa, chất bảo quản và một hoặc nhiều dung môi hữu cơ ngoài thành phần hoạt tính. Việc sử dụng chất ổn định là để giải quyết các vấn đề về độ ổn định. Mặt khác, không mong muốn sử dụng dung môi hữu cơ trong chế phẩm hóa nông, đặc biệt là các dung môi được xếp hạng không thân thiện với môi trường.

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm chứa limonen thích hợp để dùng làm thuốc diệt côn trùng, khắc phục ít nhất một trong các vấn đề nêu ở trên.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm nhũ hóa được trong nước, chứa limonen với lượng lớn hơn 50% trọng lượng và chất hoạt động bề mặt nhũ hóa, khác biệt ở chỗ chế phẩm này gần như không chứa dung môi.

Cụ thể là, sáng chế đề xuất chế phẩm, chứa

limonen với lượng lớn hơn 50% trọng lượng,

chất hoạt động bề mặt nhũ hóa dạng polyme không ion,

dung môi với lượng nhỏ hơn 10% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm, khác biệt ở chỗ:

chế phẩm này còn chứa chất thấm ướt anion và

chế phẩm này ở dạng nhũ tương đậm đặc.

Chế phẩm có độ đậm đặc cao này có ưu điểm là có thể giảm việc phải sử dụng nước chứa oxy và thậm chí tốt hơn là tránh được việc sử dụng này. Do giảm khả năng limonen sẽ tiếp xúc với nước cho đến khi chế phẩm được pha loãng với nước, nên khả năng oxy hóa limonen trước khi sử dụng cũng giảm đi. Do chế phẩm này cũng gần như không chứa dung môi hữu cơ, nên chế phẩm này có thể không đáp ứng các yêu cầu dán nhãn sản phẩm tiêu cực (H351, H304) liên quan đến việc sử dụng dung môi hữu cơ, đặc biệt là dung môi thơm.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất việc sử dụng chế phẩm theo một phương án của sáng chế làm thuốc diệt ve hoặc thuốc diệt côn trùng, cụ thể là để tiêu diệt *Acari* (ve), *Coccoide* (rệp vảy) hoặc *Aleyrodidae* (ruồi trắng).

Trước đây, việc xử lý các loài gây hại này bằng các sản phẩm sẵn có là không hiệu quả. Nhờ các sản phẩm được sản xuất với lượng lớn và ổn định khi bảo quản, nên lượng limonen cao hơn có thể được chia liều và có tác dụng.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý tiêu diệt côn trùng, tốt hơn là côn trùng thuộc nhóm bao gồm *Acari* hoặc ve, *Coccoidea* hoặc rệp vảy và *Aleyrodidae* hoặc ruồi trắng, bao gồm các bước sau:

- nhũ hóa chế phẩm chứa limonen theo một phương án của sáng chế trong nước để thu được nhũ tương;
- sử dụng nhũ tương này cho côn trùng với liều cho hiệu quả.

Nhờ các chế phẩm có độ đậm đặc cao, nhũ hóa được và ổn định khi bảo quản nên cho phép pha chế ra nhiều dạng lỏng, như chất lỏng phun. Nồng độ của limonen trong chất lỏng phun có thể dễ dàng thay đổi theo loài côn trùng gây hại cần xử lý.

Theo một phương án được ưu tiên, liều cho hiệu quả khi sử dụng nhũ tương trên côn trùng nằm trong khoảng từ 60g limonen trên mỗi hecta đến 2500g limonen trên mỗi hecta, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 120g limonen trên mỗi hecta đến 2000g limonen trên mỗi hecta, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 150g limonen trên mỗi hecta đến 1800g limonen trên mỗi hecta, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 250g limonen trên mỗi hecta đến 1200g limonen trên mỗi hecta và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 500g limonen trên mỗi hecta đến 1000g limonen trên mỗi hecta, ví dụ, 750g limonen trên mỗi hecta. Theo một phương án được ưu tiên khác, côn trùng cần được xử lý tốt hơn là ve, ruồi trắng, rệp, rầy xanh đuôi đen, bọ xít, rệp sáp, sâu cắn gié củ cải đường, bọ trĩ, sâu đo bắp cải, sâu tơ, sâu bắp cải hoặc sâu cắn gié.

Theo một phương án được ưu tiên, liều cho hiệu quả khi sử dụng nhũ tương trên côn trùng thuộc nhóm bao gồm *Acari* hoặc ve, *Coccoidea* hoặc rệp vảy và *Aleyrodidae* hoặc ruồi trắng là nằm trong khoảng từ 750g limonen trên mỗi hecta đến 2500g limonen trên mỗi hecta, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 900g limonen trên mỗi hecta đến 2000g limonen trên mỗi hecta, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1000g limonen trên mỗi hecta đến 1800g limonen trên mỗi hecta, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1100g limonen trên mỗi hecta đến 1500g limonen trên mỗi hecta và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 1200g limonen trên mỗi hecta đến 1400g limonen trên mỗi hecta, ví dụ, 1300g limonen trên mỗi hecta.

Mô tả chi tiết sáng chế

Cụm từ “% theo trọng lượng” hoặc “% trọng lượng” (phần trăm trọng lượng), ở đây và trong toàn bộ bản mô tả, trừ khi được định nghĩa khác đi, dùng để chỉ trọng lượng tương đối của thành phần tương ứng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "tác dụng diệt loài gây hại" và "hoạt tính diệt loài gây hại" có nghĩa là tác động bất kỳ trực tiếp hoặc gián tiếp đến loài gây hại đích mà dẫn đến việc giảm phá hủy do chúng ăn phần bất kỳ của cây, bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở hạt, rễ, chồi và tán lá của cây so với cây không được xử lý.

Thuật ngữ "hoạt tính tiêu diệt loài gây hại (thứ nhất hoặc thứ hai)", cũng có nghĩa giống nhau. Tác dụng trực tiếp hoặc gián tiếp này bao gồm gây chết loài gây hại, xua đuổi loài gây hại tránh xa phần bất kỳ của cây, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, hạt, rễ, chồi và/hoặc tán lá, ức chế việc loài gây hại ăn, hoặc đẻ trứng trên, hạt, rễ, chồi và/hoặc tán lá của cây đó, và ức chế hoặc ngăn chặn việc loài gây hại sinh sôi.

"Loài gây hại cho cây" có nghĩa là sinh vật bất kỳ đã biết là liên quan đến cây và, do sự gắn kết này, nên gây ra tác động bất lợi đến sức khỏe và và sức sống của cây đó. Các loài gây hại cho cây bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nấm, vi khuẩn, virus, mốc, côn trùng, ve và giun tròn hoặc sinh vật bất kỳ khác mà gây tác động bất lợi đến sức khỏe hoặc sức sống của cây đó, ngoại trừ động vật có vú, cá và chim.

Thuật ngữ "cây" như được sử dụng trong bản mô tả bao gồm toàn bộ cây và các phần của cây như rễ, chồi, thân, lá, cây con, hạt đã nảy mầm và hạt, cũng như tế bào và mô bên trong cây hoặc các phần của cây. Thuật ngữ cây này bao gồm cây chuyển gen và cây không chuyển gen.

Thuật ngữ "hoạt tính diệt côn trùng" có nghĩa giống như hoạt tính diệt loài gây hại, nhưng nó bị giới hạn ở một số trường hợp trong đó loài gây hại là côn trùng.

Như được sử dụng trong bản mô tả, "chồi và tán lá" của cây được hiểu là chồi, thân, cành, lá và các phần ghép khác ở thân và cành của cây sau khi hạt đã nảy mầm,

bao gồm rễ của cây đó. Tốt hơn nếu chồi và tán lá của cây được hiểu là các phần của cây sinh trưởng từ hạt và/hoặc chồi của cây "mẹ".

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến chế phẩm nhũ hóa được chứa thành phần hoạt tính là 1-metyl-4-(1-metylenyl)-xyclohexen, thường được biết đến là limonen, theo điểm 1.

Cụ thể là, sáng chế đề cập đến chế phẩm nhũ hóa được trong nước, chứa limonen với lượng lớn hơn 50% trọng lượng, 55% trọng lượng, 56% trọng lượng, 57% trọng lượng, 58% trọng lượng, 59% trọng lượng hoặc lớn hơn 60% trọng lượng và chất hoạt động bề mặt nhũ hóa hoặc hệ chất hoạt động bề mặt nhũ hóa, chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt, khác biệt ở chỗ chế phẩm này gần như không có dung môi. Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm này chứa limonen với lượng lớn hơn 65%, tốt hơn là lớn hơn 70%, và tốt nhất là lớn hơn 71% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm. Chế phẩm được ưu tiên nhất thường có hàm lượng limonen nằm trong khoảng từ 71 đến 72% trọng lượng so với tổng trọng lượng của chế phẩm.

Theo một phương án được ưu tiên, limonen có trong chế phẩm dưới dạng đồng phân đối ảnh tinh khiết của D-Limonen, CAS: 5989-27-5. Theo một phương án khác, limonen có trong chế phẩm dưới dạng đồng phân đối ảnh tinh khiết của L-Limonen, CAS: 5989-54-8. Theo một phương án khác nữa, limonen có mặt dưới dạng hỗn hợp racemic, còn được biết đến là dipenten, CAS: 138-86-3. Tốt nhất là, chế phẩm theo sáng chế chứa D-Limonen với lượng lớn hơn 60% trọng lượng, tốt hơn là D-Limonen với lượng ít nhất là 65% trọng lượng, tốt nhất là D-Limonen với lượng ít nhất là 70% trọng lượng.

Limonen có thể thu được bằng đường tổng hợp, hoặc limonen có thể được chiết từ nguồn tự nhiên. Do đường tổng hợp quá đắt nếu tính theo vật liệu có sẵn từ nguồn tự nhiên, nên limonen kinh tế nhất là từ nguồn tự nhiên. D-Limonen có thể thu được theo hướng thương mại hóa từ quả họ cam thông qua hai phương pháp cơ bản: tách ly tâm hoặc chưng cất hơi nước.

Thuật ngữ “quả họ cam” có nghĩa là quả thuộc giống cam quýt, tốt hơn là được chọn từ danh sách gồm quả họ cam, quýt, cam, quất, chanh vàng, chanh xanh, bưởi, bòng, chanh ngón tay, thanh yên.

Theo một phương án được ưu tiên, limonen thu được từ dịch chiết vỏ quả họ cam. Theo các phương án khác, dầu của quả họ cam nêu trên được chọn từ nhóm bao gồm dầu cam, dầu chanh vàng, dầu chanh xanh, dầu bưởi và dầu quýt. Theo một phương án được ưu tiên, dầu của quả họ cam này là dầu cam. Theo một phương án được ưu tiên hơn, dầu cam này được chọn từ danh sách bao gồm dầu cam bậc kỹ thuật, CAS 94266-47-4; dầu cam bậc thực phẩm, CAS 8028-48-6 hoặc dầu cam ép lạnh. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết rõ về dầu cam và các đặc tính của nó từ danh sách liệt kê nó dưới dạng hoạt chất (SANCO/12083/2013 rev 3, 2013) và các quy định tiêu chuẩn ISO 3140:211 và được điển Châu Âu 5.0, 2005.

Theo một phương án được ưu tiên, dầu của quả họ cam, tốt hơn là dầu cam được sử dụng trực tiếp trong chế phẩm mà không cần tinh chế limonen ra khỏi dầu. Theo một phương án được ưu tiên, dầu cam là thành phần hoạt tính duy nhất có trong chế phẩm.

Theo một phương án thay thế, có các terpen hoặc terpenoit khác trong chế phẩm, tốt hơn là carvon, carveol, limonen oxit, p-xymen, α -pinen, β -pinen, myxen, β -ionon, linalool, geraniol hoặc eugenol. Theo một phương án thay thế khác, dầu chiết từ cây, tốt hơn là cây bạc hà, cây bạc hà cay, cây bạc hà xanh, cây đinh hương hoặc cây hương thảo được sử dụng trong chế phẩm.

Chế phẩm theo sáng chế gần như không chứa dung môi; cụ thể là không có nước và dung môi hữu cơ, đặc biệt là dung môi thơm. Thuật ngữ “gần như không chứa dung môi” như được sử dụng trong sáng chế, có nghĩa là chế phẩm chứa dung môi với lượng nhỏ hơn 10% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm.

Chế phẩm theo sáng chế chứa dung môi với lượng nhỏ hơn 10% trọng lượng, tốt hơn là dung môi với lượng nhỏ hơn 5% trọng lượng, và tốt nhất là không có dung môi, mặc dù không thể loại trừ được các lượng nhỏ, ít hơn 0,1%, của dung môi, tất cả các

phần trăm là trọng lượng trên trọng lượng. Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm chứa nước với lượng nhỏ hơn 10% trọng lượng, tốt hơn là nước với lượng nhỏ hơn 8% trọng lượng, tốt nhất là nước với lượng nhỏ hơn 5% trọng lượng và tốt nhất là không có nước, mặc dù không thể loại trừ được các lượng nhỏ, ít hơn 0,1% trọng lượng, của nước, tất cả các phần trăm là trọng lượng trên trọng lượng.

Oxy có thể được hòa tan trong nước với lượng lớn. Ví dụ, nước ở nhiệt độ khoảng 20°C chứa khoảng 9mg/l oxy. Khi nước là một phần của chế phẩm, thì oxy có thể oxy hóa limonen thành các hợp chất khác, mà có thể có hoạt tính yếu hơn hoặc thậm chí không còn hoạt tính hoặc gây hại. Terpen oxit đã được biết là gây kích ứng cho da. Hàm lượng nước thấp và kéo theo đó là một lượng nhỏ oxy hòa tan trong nước có thể làm giảm quá trình oxy hóa này. Nó có thể ngăn chặn sự hình thành các hợp chất khác. Nó có thể kéo dài thời gian sử dụng của chế phẩm. Một lợi ích khác khi có chế phẩm có hàm lượng nước thấp hoặc không chứa nước là ở chỗ, đối với việc vận chuyển và bảo quản, không cần phải xét đến trọng lượng và thể tích, điều này làm giảm chi phí liên quan đến vận chuyển.

Dầu cam ít tan trong nước. Để dầu cam hoặc limonen có thể tạo ra nhũ tương ổn định khi được bổ sung vào nước, thì cần phải có chất hoạt động bề mặt. Chất hoạt động bề mặt này tạo ra mixen, với lõi kỵ nước và vỏ bên ngoài ưa nước. Limonen sẽ chiếm không gian bên trong lõi kỵ nước của các mixen này. Việc hầu như không có nước và dung môi hữu cơ như dung môi naphta, tức là ít hơn 10% trọng lượng, trong chế phẩm theo sáng chế sẽ loại trừ toàn bộ chất hoạt động bề mặt thường được sử dụng trong tình trạng kỹ thuật cho hệ gốc dung môi do các chất hoạt động bề mặt này không tan trong limonen. Theo một phương án được ưu tiên, chất hoạt động bề mặt này tan trong chế phẩm với lượng nước nhỏ hơn 10% trọng lượng, thậm chí ở khoảng nhiệt độ từ -5°C đến 54°C trong khoảng thời gian tối thiểu 14 ngày. Độ hòa tan có thể được xác định bằng cách trộn limonen, có thể dưới dạng dầu cam, và chất hoạt động bề mặt. Nếu giữ nguyên trong 14 ngày, sau đó tách pha, thì có thể kết luận rằng chất hoạt động bề mặt này không tan trong limonen hoặc dầu cam.

Theo một phương án được ưu tiên, chất hoạt động bề mặt có giá trị cân bằng ưa nước-ưa mỡ (HLB, hydrophilic-lipophilic balance) nằm trong khoảng từ 7 đến 12, tốt hơn là bằng 10,5. HLB nằm trong khoảng này làm cân bằng giữa độ hòa tan của chất hoạt động bề mặt trong limonen và khả năng làm ổn định nhũ tương của limonen khi được bổ sung vào nước, mà có thể được coi là hệ kiểu dầu trong nước. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ chọn chất hoạt động bề mặt có giá trị HLB nằm trong khoảng từ 12 đến 16 để thu được nhũ tương.

Chất hoạt động bề mặt không ion có trong chế phẩm theo sáng chế là chất hoạt động bề mặt polyme không ion. Tốt hơn nữa nếu chất hoạt động bề mặt polyme này là rượu được alkoxyl hóa, thậm chí tốt hơn nữa nếu là alkoxylat rượu béo, tốt nhất nếu là etoxylat và/hoặc propoxylat, tốt hơn nếu là rượu béo, và tốt nhất nếu là iso-tridecanol alkoxylat, thậm chí tốt nhất nếu là iso-tridecanol penta-etoxylat. Chất hoạt động bề mặt này tốt hơn là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 40%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 20%, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 12 đến 13%, tất cả đều là trọng lượng trên trọng lượng.

Thuật ngữ “rượu béo” như được sử dụng trong bản mô tả, có nghĩa là rượu mạch thẳng hoặc phân nhánh có chiều dài mạch cacbon ít nhất là 4 nguyên tử cacbon, tốt hơn là ít nhất 6, tốt hơn nữa là ít nhất 8, thậm chí tốt hơn nữa là ít nhất 10, tốt nhất là ít nhất 12 nguyên tử cacbon.

Theo một phương án được ưu tiên, dạng đậm đặc nhũ hóa được theo sáng chế chứa limonen, có khả năng tạo ra nhũ tương ổn định khi được bổ sung vào nước, được sử dụng làm thuốc diệt côn trùng hoặc thuốc diệt ve. Chế phẩm này được bổ sung vào nước và limonen kết hợp với chất hoạt động bề mặt tạo ra nhũ tương, mà có thể được sử dụng cho cây, cây trồng hoặc sử dụng trực tiếp lên loài gây hại. Việc pha loãng với nước được thay đổi để tạo ra tỷ lệ đúng của thành phần hoạt tính như mong muốn. Tỷ lệ này được chọn theo loài gây hại.

Chế phẩm theo sáng chế chứa chất thấm ướt, giúp làm giảm sức căng bề mặt của nhũ tương tạo thành sau khi bổ sung chế phẩm vào nước. Sức căng bề mặt giảm sẽ giúp

chế phẩm phủ lên bề mặt lá của cây trồng với diện tích lớn hơn và điều này dẫn đến việc nhiều côn trùng tiếp xúc với thuốc diệt côn trùng hơn. Chất thấm ướt này càng cần hơn khi lá của cây trồng có bề mặt giống sáp, ví dụ, lá của cây ăn quả họ cam, hoặc khi lá có tuyến lông kỵ nước trên bề mặt của chúng để đẩy các giọt nước đi, ví dụ, lá cà chua.

Mặt khác, chế phẩm có hàm lượng nước thấp không cho phép sử dụng chất thấm ướt mà thường được sử dụng trong tình trạng kỹ thuật. Chất thấm ướt này thường là chất hoạt động bề mặt anion tan trong nước. Các chất hoạt động bề mặt này cần nước để tạo ra dung dịch ổn định, do ion trái dấu của chúng thường là ion canxi, ion amoni, ion natri hoặc ion kali.

Chất hoạt động bề mặt anion bao gồm các chất như natri stearat, kali palmitat, natri xetyl sulfat, natri lauryl phosphat, natri polyoxyetylen lauryl sulfat, trietanolamin palmitat, polyoxyetylen natri lauryl phosphat, và natri N-axyl glutamat.

Chất thấm ướt trong chế phẩm theo sáng chế, tốt hơn là chất hoạt động bề mặt anion có phần anion tốt hơn nếu là alkylbenzen sulfonat, tốt hơn nữa nếu là dodexylbenzen sulfonat. Ion trái dấu cation tốt hơn là được chọn ngoài nhóm ion trietylamoni, ion trietanolamoni, ion tertrabutylamoni, hoặc các ion tetra-alkylamoni khác, ion tertraphenylphosphoni hoặc các ion tertra-alkylphosphoni khác hoặc tổ hợp của ion kim loại và ete trao.

Theo một phương án được ưu tiên, chất thấm ướt tốt hơn là etanolamin alkylbenzensulfonat. Theo một phương án được ưu tiên, chất thấm ướt là trietanolamoni dodexylbenzen sulfonat, CAS: 27323-41-7. Tổ hợp của anion này và ion trái dấu cho phép chất thấm ướt hòa tan được trong chế phẩm mà không có dung môi nào ngoài limonen. Chế phẩm nhũ tương được chứa limonen và loại chất hoạt động bề mặt này khi không có dung môi nào ngoài thành phần hoạt tính được phát hiện ra là có độ ổn định tốt khi bảo quản lạnh. Tốt hơn là độ ổn định khi bảo quản lạnh vẫn được duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ -20°C đến 5°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ -10°C đến 4°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -5°C đến 3°C, tốt nhất là nằm trong khoảng từ -4°C đến 0°C. Độ ổn định khi bảo quản lạnh được xác định đối với chế phẩm được bảo quản

trong khoảng thời gian 1 ngày, 7 ngày hoặc 14 ngày. Thử nghiệm này được thực hiện theo phương pháp CIPAC MT 39.1. Các phương pháp xác định là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chế phẩm theo sáng chế có độ ổn định khi bảo quản lạnh tốt hơn.

Chất thấm ướt tốt hơn là có trong chế phẩm nhũ hóa được với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 25%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 20%, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 15 đến 16%, được tính theo phần trăm trọng lượng so với tổng trọng lượng chế phẩm.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm này chứa chất chống oxy hóa. Tốt hơn là chất chống oxy hóa được chọn từ danh sách bao gồm diphenylamin, etoxyquin, BHA là hỗn hợp của 3-t-butyl-4-hydroxyanisol và 2-t-butyl-4-hydroxyanisol, BHT tương ứng với 2,6-di-tert-butyl-p-cresol, axit ascorbic, tocopherol và polyphenol. Việc chất chống oxy hóa có mặt có thể bảo vệ limonen để không bị oxy hóa. Ví dụ, các lượng nhỏ oxy có thể đi vào chế phẩm hoặc khoảng trống bên trong chai sau khi chai này được mở. Việc này có lợi do limonen oxit được cho là chất làm nhạy.

Chất chống oxy hóa tốt hơn là có mặt với lượng ít hơn 1%, tốt hơn là ít hơn 0,5%, tốt nhất là ít hơn 0,1%, tất cả tính theo trọng lượng trên trọng lượng của tổng chế phẩm.

Theo một phương án được ưu tiên, chất chống oxy hóa là BHT hoặc BHA. Chế phẩm này tốt hơn là chứa ít hơn BHT 1% hoặc BHA %, tốt hơn là BHT với lượng ít hơn 0,5% hoặc BHA %, tốt nhất là BHT với lượng ít hơn 0,1% hoặc BHA %, tất cả là trọng lượng trên trọng lượng của tổng chế phẩm.

Các thành phần không có hoạt tính hoặc các thành phần trợ thông thường khác có thể được kết hợp vào chế phẩm limonen. Các thành phần trợ như vậy bao gồm nhưng không bị giới hạn ở: chất dính thông thường, chất phân tán như metylxenluloza, rượu polyvinyllic, lecithin, chất phân tán polyme như polyvinylpyrrolidon/vinyl axetat, chất ổn định nhũ tương, chất hoạt động bề mặt, hợp chất chống đông như ure, thuốc nhuộm, chất tạo màu. Bằng cách đưa các chất phụ gia thích hợp vào, ví dụ, chất phụ gia để cải thiện

độ phát tán, khả năng bám dính và khả năng chống trôi bởi nước mưa trên bề mặt đã xử lý, thì chế phẩm limonen có thể được điều chỉnh phù hợp hơn với nhiều ứng dụng khác nhau.

Các thành phần trợ khác hữu ích trong sáng chế có thể được tìm thấy trong McCutcheon's, vol. 1, "Emulsifiers and Detergents," MC Publishing Company, Glen Rock, NJ., U.S.A., 1996. Các thành phần trợ khác hữu ích trong sáng chế có thể được tìm thấy trong McCutcheon's, vol. 2, "Functional Materials," MC Publishing Company, Glen Rock, N. J., U.S.A., 1996.

Các dung môi hữu cơ bao gồm dung môi thơm như alkylbenzen và alkylnaphtalen, keton như xyclohexanon và metylxyclohexanon, hydrocarbon được clo hóa như clobenzen và triclorethan, và các rượu như rượu benzylic, rượu furfurylic, butanol và glycol ete, có thể không cần sử dụng. Tốt hơn là các dung môi này không có mặt.

Chế phẩm được bộc lộ là chế phẩm ở dạng đậm đặc nhũ hóa được (EC). Nhũ tương có thể được điều chế từ đó bằng cách hòa tan chế phẩm limonen nhũ hóa được trong nước. Các thành phần khác có thể được bổ sung vào hoặc có thể có mặt trong nước mà dạng đậm đặc nhũ hóa được này được bổ sung vào, như chất thấm ướt, chất nhũ hóa, hoặc chất dính.

Tốt hơn là dạng đậm đặc nhũ hóa được này chứa limonen với lượng ít nhất là 500g/l, tốt hơn là limonen với lượng ít nhất là 550g/l, tốt nhất là limonen với lượng ít nhất là 600g/l, được tính theo lượng thành phần hoạt tính có độ tinh khiết 100% so với tổng thể tích của chế phẩm.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp kiểm soát loài gây hại trên cây bao gồm bước sử dụng chế phẩm được bộc lộ ở đây cho cây, nhờ đó kiểm soát loài gây hại này.

Chế phẩm được bộc lộ theo sáng chế có thể được sử dụng theo một số cách. Ví dụ, chúng có thể được sử dụng trực tiếp vào tán lá của cây, vào hạt hoặc vào môi trường khác trong đó cây đang sinh trưởng hoặc chuẩn bị được trồng, như luống hoặc ở vùng

lân cận gần nhất của cây với đất hoặc nơi mà hạt sẽ được trồng xuống trước khi gieo. Các phương pháp sử dụng bao gồm phun, hoặc sử dụng dưới dạng hơi.

Chế phẩm có thể được sử dụng bằng cách sử dụng các phương pháp bao gồm nhưng không bị giới hạn ở phương pháp phun, thấm ướt, nhúng, xịt, chảy tràn, tưới, phun sương, ngâm, làm ẩm, phun mù, giới, phủ bụi cây trồng từ trên cao bằng máy bay hoặc trực thăng và vẩy.

Việc sử dụng có thể áp dụng cho phần bất kỳ của cây hoặc hạt bao gồm tán lá, thân, cành hoặc rễ, hoặc cho đất xung quanh rễ, hoặc cho hạt trước khi nó được gieo trồng, hoặc cho đất nói chung, cho nước ngâm hạt hoặc cho hệ thống thủy canh. Chế phẩm limonen được bộc lộ ở đây còn có thể được tiêm vào cây hoặc phun lên trên thực vật bằng cách sử dụng kỹ thuật phun điện động hoặc các phương pháp phân phối thể tích nhỏ khác.

Chế phẩm limonen được bộc lộ ở đây tốt hơn là được sử dụng trong nông nghiệp và làm vườn ở dạng chế phẩm pha loãng trong nước. Kiểu chế phẩm được sử dụng trong trường hợp bất kỳ sẽ phụ thuộc vào mục đích cụ thể được dự định.

Các phương pháp và chế phẩm theo sáng chế có thể được dự định dùng để bảo vệ hạt, rễ và/hoặc các phần nằm trên mặt đất của cánh đồng, cỏ gia súc, vườn ươm, nhà kính, vườn cây ăn quả hoặc vườn nho, cỏ, lớp đất mặt, cây cảnh, vườn ươm, trong nhà hoặc cây lâm nghiệp.

Cây có thể được xử lý bằng cách sử dụng các phương pháp và chế phẩm được bộc lộ ở đây có thể là loài cây bất kỳ. Tuy nhiên, chúng tốt hơn là loài cây có tầm quan trọng về phương diện nông nghiệp hoặc làm vườn.

Cụ thể, loài cây này có thể là cây ngô, cây lạc, cây cải canola/cải dầu, cây đậu tương, cây bầu bí, cây họ cải, cây bông, cây củ cải, cây lúa, cây lúa miến, cây cải đường, cây lúa mỳ, cây lúa mạch, cây lúa mạch đen, cây hướng dương, cây cà chua, cây mía, cây thuốc lá, cây yến mạch, cũng như các cây rau và cây trồng lấy lá khác. Theo một số phương án nhất định, các loài cây hoặc cây trồng có thể bao gồm cây nho, cây họ cam,

cây hồ đào, cây hạnh nhân, tất cả các loại quả hạch, cây táo, cây lê, cây chuối, cây cỏ, lớp đất cỏ, các loài cây trồng trong nhà & ngoài vườn và các loài cây vườn. Cây trồng quan tâm được ưu tiên là cây họ cam, tốt hơn là cây họ cam hoặc cây cà chua.

Cây cũng có thể là cây cảnh bất kỳ, bao gồm, nhưng không giới hạn ở, cây hoa hồng, cây tulip, cây violet, cây thủy tiên hoa vàng, cây hoa lay-ơn, cây oải hương, cây huệ tây, cây thủy tiên, cây lan, cây lan dạ hương, cây cúc, cây nghệ tây, cây diên vĩ, cây mẫu đơn, cây tóc tiên, cây cẩm chương, cây hồng môn, cây loa kèn, cây đỗ quyên, cây trạng nguyên, cây hoa ngũ sắc, cây tre, cây thu hải đường, cây hoa trà, cây thực dược, cây cẩm chương, cây phong lữ, cây mai địa thảo, cây huệ tây thung lũng và cây lô-bê-li.

Loài gây hại mục tiêu theo sáng chế bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, côn trùng bất kỳ ở giai đoạn trưởng thành hoặc ấu trùng hoặc loài gây hại khác bất kỳ mà ăn hạt, rễ và/hoặc chồi và lá của cây cần được bảo vệ bằng phương pháp và chế phẩm theo sáng chế.

Theo một phương án được ưu tiên, sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý dứt điểm côn trùng, tốt hơn là côn trùng thuộc nhóm *Acari* hoặc ve, *Coccoidea* hoặc rệp vảy và *Aleyrodidae* hoặc ruồi trắng, tốt hơn nữa là trên cây trồng, ưu tiên đối với cây họ cam và cây cà chua.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm theo một phương án của sáng chế được sử dụng để xử lý ve (*Tetranychus urticae*, *Panonychus citri* hoặc *Eutetranychus banksi*), tốt hơn là ve trên cây họ cam, bao gồm ve rộng (*Polyphagotarsonemus latus*).

Theo một phương án được ưu tiên hơn, chế phẩm theo một phương án của sáng chế được sử dụng để xử lý ve, còn được biết đến là *Tetranychus urticae*, tốt hơn là *T. urticae* trên cây họ cam.

Theo một phương án được ưu tiên hơn khác, chế phẩm theo một phương án của sáng chế được sử dụng để xử lý rệp vảy, tốt hơn nếu là rệp vảy đỏ California, còn được biết đến là *Aonidiella aurantii*.

Vẫn theo một phương án được ưu tiên hơn khác, chế phẩm theo một phương án của sáng chế được sử dụng để xử lý ve, cụ thể là ve đỏ trên cây họ cam, còn được biết đến là *Panonychus citri*, hoặc ve nâu ở cây họ cam, còn được biết đến là *Eutetranychus africanus*.

Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm này được sử dụng ở nồng độ 5-3000ml sản phẩm/100 lít chất lỏng sử dụng trong đó sản phẩm này tốt hơn là chế phẩm EC 600g/l limonen hoặc chế phẩm EC 630g/l dầu cam (limonen 95%). Tốt hơn là, chế phẩm này được sử dụng ở nồng độ 100-2000ml sản phẩm/100 lít, tốt hơn nữa là 150ml-1000ml sản phẩm/100 lít, tốt nhất là khoảng 500ml sản phẩm trên 100 lít chất lỏng sử dụng. Các khoảng này tương ứng với 6 đến 1800g limonen/ha. Tốt hơn là một hecta được phun từ 100 lít đến 2000 lít nước phun.

Các tác giả sáng chế nhận thấy rằng rệp vảy, ve hoặc ruồi trắng có thể được xử lý bằng lượng 0,06-12g/l limonen khi lượng này được sử dụng trực tiếp lên côn trùng.

Việc sử dụng theo một phương án của sáng chế có thể bao gồm các bước sau:

- nhũ hóa chất chứa limonen theo một phương án của sáng chế trong nước để thu được nhũ tương;
- sử dụng nhũ tương này ở liều cho hiệu quả cho các cây trồng bị nhiễm rệp vảy, ve hoặc ruồi trắng.

Tốt hơn là liều cho hiệu quả này tương ứng với việc sử dụng lượng nằm trong khoảng từ 60 đến 1800g limonen trên mỗi hecta.

Các phương pháp sử dụng có thể được chọn từ nhóm bao gồm phun, làm ẩm, nhúng, phun sương, thấm ướt, tưới, phủ sương mù, ngâm, làm ướt, phun mù, té và phun tóe. Tốt hơn là, phương pháp sử dụng là phương pháp phun.

Theo một phương án được ưu tiên, sáng chế đề cập đến phương pháp sử dụng chế phẩm diệt ve/diệt côn trùng cho cây mục tiêu bao gồm bước pha loãng chế phẩm limonen nhũ hóa được nêu trong bản mô tả thành chế phẩm chứa nước, trong đó chế phẩm chứa limonen này được pha loãng ở tỷ lệ là một phần chế phẩm chứa limonen với 40-400

phần chế phẩm chứa nước đã nêu; tốt hơn nếu là nước. Theo một số phương án ưu tiên nhất định, chế phẩm chứa limonen này được pha loãng ở tỷ lệ là một phần chế phẩm chứa limonen với 200 phần chế phẩm chứa nước; tốt hơn nếu là nước.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến việc sử dụng chế phẩm theo một phương án của sáng chế làm thuốc diệt côn trùng hoặc thuốc diệt ve, cụ thể là làm thuốc diệt côn trùng hoặc thuốc diệt ve tiêu diệt *Acari* (ve), *Coccoide* (rệp vảy) hoặc *Aleyrodidae* (ruồi trắng).

Chế phẩm theo sáng chế tốt hơn nếu được sử dụng làm thuốc diệt côn trùng dứt điểm hoặc thuốc diệt ve dứt điểm. Chế phẩm này tốt hơn là được tạo ra ở tỷ lệ mong muốn và sau đó cho tiếp xúc trực tiếp với côn trùng hoặc ve gây hại mục tiêu. Theo một phương án được ưu tiên, chế phẩm này được sử dụng làm thuốc diệt ve hoặc thuốc diệt côn trùng để xử lý *Acari* hoặc ve, *Coccoidea* hoặc rệp vảy và *Aleyrodidae* hoặc ruồi trắng.

Theo một phương án khác, chế phẩm được sử dụng làm thuốc diệt côn trùng, tốt hơn là để xử lý kiến, ve, gián, nhện, ruồi, ong bắp cày, ong vò vẽ, ong, sâu tai, muỗi, sâu bướm, và các loài côn trùng có cánh khác.

Tốt hơn nếu chế phẩm đã nhũ hóa này được sử dụng trực tiếp lên côn trùng ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,06 đến 12g limonen trên mỗi lít nhũ tương. Việc sử dụng chế phẩm này tốt hơn là để tiêu diệt dứt điểm.

Limonen là thành phần dễ bay hơi. Ngay cả ở dạng chế phẩm (loãng) theo sáng chế thì nó cũng có thể bay hơi trong vòng 24 giờ sau khi sử dụng. Điều này sẽ có lợi vì limonen không lưu lại trên cây hoặc cây trồng sau khi xử lý. Đây là một yếu tố đặc biệt quan trọng trong ngành nông nghiệp sinh học, khi phải tránh việc sử dụng các chất hóa nông tổng hợp.

Điều này cho phép sử dụng thuốc diệt côn trùng đến tận thời điểm một ngày trước khi thu hoạch cây hoặc cây trồng đó, tạo ra sản phẩm an toàn về mặt thực phẩm, có thể

bán được hoặc chế biến thành sản phẩm thực phẩm 24 giờ sau khi sử dụng vì không còn tồn dư limonen sau giai đoạn này. Khoảng thời gian trước thu hoạch là ít hơn một ngày.

Việc xử lý cây trồng bị nhiễm côn trùng theo phương pháp này sẽ dẫn đến tỷ lệ chết của các côn trùng này cao hơn 50%, tốt hơn là cao hơn 70%, tốt hơn nữa là cao hơn 80%, tốt nhất là cao hơn 90%. Tỷ lệ chết của loài gây hại được quan tâm có thể được xác định bằng các kỹ thuật đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây dựa trên các ví dụ.

Ví dụ 1

Bảng 1: Chế phẩm dầu cam EC 600, mã sản phẩm BCP425D

Thành phần	g/l	% trọng lượng/trọng lượng
Dầu cam	630	71,6
Hydroxytoluen được butyl hóa (BHT)	0,7	0,1
Rượu béo iso-C13 + 5 EO	112	12,7
Dung dịch trietanolamin alkylbenzensulfonat 50% trọng lượng	137	15,6
Không có dung môi bổ sung		
<i>Tổng số</i>	<i>879,7</i>	<i>100</i>

Ví dụ 2: Sử dụng chế phẩm dầu cam 600 EC theo ví dụ 1 để tiêu diệt rệp vảy đỏ California (*Aenidiella aurantii*) ở cây họ cam, trên cây cam (thử nghiệm I10-CIDSS-01).

Tiến hành thử nghiệm lặp trên một lô đất nhỏ để đánh giá về hiệu quả và tính chọn lọc của hai lần sử dụng trên lá được tiến hành ở khoảng thời gian 10-14 ngày của BCP425D (630g/L dầu cam; 600g/l Limonen) sử dụng một mình ở các nồng độ 25, 50, 100 và 200ml sản phẩm/100 lít để không chế rệp vảy đỏ California (*Aonidiella aurantii*)

ở cây họ cam. Không gặp phải vấn đề gì trong quá trình trộn hay sử dụng chế phẩm sản phẩm thử nghiệm bất kỳ.

Việc thiết kế, phân tích kết quả và báo cáo nghiên cứu này được tiến hành theo hướng dẫn PP 1/152(3) và PP 1/181(3) của EPPO. Việc thực hiện công tác thực địa phù hợp với tiêu chuẩn Thực hành Nông nghiệp Tốt GAP ‘Good Agricultural Practice’ của địa phương và theo các hướng dẫn PP 1/135(3) và PP 1/74(2) của EPPO. Không có sai khác đáng kể nào so với các hướng dẫn EPPO.

Không quan sát thấy các triệu chứng cho thấy thực vật bị nhiễm độc trên lô đất bất kỳ tại thời điểm đánh giá bất kỳ. Mật độ rệp vảy (*Aonidiella aurantii*) cao xuất hiện với sự phân bố đồng đều trên toàn bộ diện tích thử nghiệm.

Các kết quả được tóm tắt trong bảng 2-5. Dựa vào bảng này có thể thấy rằng các kết quả thu được tương đương với sản phẩm tiêu chuẩn DURSBAN 48 EC (480g/L Chlorpyrifos), một thành phần hoạt tính tổng hợp, được dùng một mình ở nồng độ 200 ml sản phẩm/100 lít. Các đánh giá được thực hiện đối với hiệu quả của sản phẩm và độ an toàn của cây trồng ở thời điểm trước khi sử dụng, 20 ngày sau thời điểm sử dụng T2, và khi quả đạt đến kích thước và màu sắc đặc trưng.

Hai lần sử dụng BCP425D trên lá ở khoảng thời gian 10-14 ngày đạt kết quả là không chế được rệp vảy đỏ California. Đáp ứng liều được thấy giữa các lần xử lý thử nghiệm khác nhau chỉ sử dụng một mình BCP425D: BCP425D sử dụng ở nồng độ 200ml sản phẩm/hl đạt được sự khống chế với hiệu quả tốt hơn một chút so với sản phẩm tiêu chuẩn DURSBAN 48 EC. BCP425D sử dụng ở nồng độ 100ml sản phẩm/hl đạt được sự khống chế toàn bộ tương đương với sản phẩm tiêu chuẩn DURSBAN 48 EC. BCP425D sử dụng ở nồng độ 50ml sản phẩm/hl cho thấy có hiệu quả, nhưng thấp hơn so với sản phẩm tiêu chuẩn DURSBAN 48 EC. BCP425D sử dụng ở nồng độ 25ml sản phẩm/hl thể hiện kết quả kém nhất. Ngày đánh giá, giai đoạn sinh trưởng của cây trồng và các kiểu đánh giá được trình bày cụ thể trong bảng 2.

Bảng 2: Chi tiết đánh giá

Ngày	Thời điểm	Giai đoạn sinh trưởng của cây trồng	Cây trồng/Mục tiêu	Giai đoạn sinh trưởng của loài gây hại	Kiểu đánh giá
19/8	0 DAT1	79 (100%)	<i>Aonidiella aurantii</i>	L1 (20%) L2 (50%) Con cái non (30%)	Số rệp vảy sống trên chồi ở mỗi lô đất.
30/8	11 DAT1 0 DAT2	79 (100%)	Cây cam <i>Aonidiella aurantii</i>	L2 (30%) Con cái non (60%) Trưởng thành (10%)	Cây trồng bị nhiễm độc Số rệp vảy sống trên chồi ở mỗi lô đất. Số rệp vảy chết trên chồi ở mỗi lô đất.
20/9	21 DAT2	79 (100%)	Cây cam <i>Aonidiella aurantii</i>	Con cái non (40%) Trưởng thành (60%)	Cây trồng bị nhiễm độc Số rệp vảy sống trên chồi ở mỗi lô đất. Số rệp vảy chết trên chồi ở mỗi lô đất. Số rệp vảy sống trên quả ở mỗi lô đất. Số quả không bị nhiễm, bán được và không bán được ở mỗi lô đất.
11/10	73 DAT2	85 (80%) 89 (20%)	Cây cam <i>Aonidiella aurantii</i>	Trưởng thành (100%)	Cây trồng bị nhiễm độc Số rệp vảy sống trên quả ở mỗi lô đất. Số quả không bị nhiễm, bán được và không bán được ở mỗi lô đất.

Giai đoạn sinh trưởng theo mã BBCH

DAT = Ngày sau xử lý

Dữ liệu đánh giá được phân tích bằng cách sử dụng phân tích phương sai hai chiều (ANOVA). Xác suất không xuất hiện sai khác có ý nghĩa giữa các phương thức xử lý được tính dưới dạng giá trị xác suất F ($p(F)$).

Bảng 3: Tổng số cá thể đang sống trung bình trên các chồi ở mỗi lô đất, và % không chế

Số	Sản phẩm	Thời điểm	Sản phẩm g-ml-hl-ha	0 DAT1	11 DAT1 0 DAT2	21 DAT2
1	Không được xử lý	-	-	238,74 a	278,70 a (0,0%)	129,09 a (0,0%)

2	DURSBAN 48	T1-T2	200 ml/hl	248,40 a	85,45 cd (68,3%)	34,58 d (73,2%)
3	BCP425D	T1-T2	25 ml/hl	263,04 a	160,26 b (42,5%)	83,03 b (35,7%)
4	BCP425D	T1-T2	50 ml/hl	243,50 a	137,60 b (50,6%)	62,32 c (51,7%)
5	BCP425D	T1-T2	100 ml/hl	238,34 a	109,26 c (60,8%)	32,01 d (75,2%)
6	BCP425D	T1-T2	200 ml/hl	257,72 a	82,17 cd (70,5%)	28,51 d (77,9%)

Bảng 4: Tổng số cá thể đang sống trung bình trên các quả ở mỗi lô đất, và % không chế

Số	Sản phẩm	Thời điểm	Sản phẩm g-ml-hl-ha	21 DAT2	73 DAT2
1	Không được xử lý	-	-	1956,48 a (0,0%)	4004,73 a (0,0%)
2	DURSBAN 48	T1-T2	200 ml/hl	371,69 d (81,0%)	1038,44 d (74,1%)
3	BCP425D	T1-T2	25 ml/hl	974,27 b (50,2%)	2546,28 b (36,4%)
4	BCP425D	T1-T2	50 ml/hl	674,48 c (65,5%)	1610,62 c (59,8%)
5	BCP425D	T1-T2	100 ml/hl	291,31 d (85,1%)	674,32 d (83,2%)
6	BCP425D	T1-T2	200 ml/hl	269,65 d (86,2%)	551,11 d (86,2%)

Bảng 5: Trung bình tổng số quả không bị nhiễm, bán được và không bán được trung bình ở mỗi lô đất

Số	Sản phẩm	Thời điểm	Sản phẩm g-ml-hl-ha	21 DAT2 không bị nhiễm	73 DAT2 không bị nhiễm	21 DAT2 bán được	73 DAT2 thương bán được	21 DAT2 không bán được	73 DAT2 không bán được
1	Không được xử lý	-	-	58,00 c (0,0%)	29,00 b (0,0%)	27,50 a (0,0%)	21,75 c (0,0%)	114,50 a (0,0%)	149,25 a (0,0%)
2	DURSBAN 48	T1-T2	200ml/hl	118,25 a (+103,9%)	87,25 a (+200,9%)	34,25 a (+24,5%)	43,25 b (+98,9%)	47,50 c (-58,5%)	69,50 d (-53,4%)
3	BCP425D	T1-T2	25ml/hl	98,75 b (+70,3%)	45,00 b (+55,2%)	27,00 a (-1,8 %)	29,00 bc (+33,3%)	71,75 b (-37,3%)	126,00 b (-15,6%)
4	BCP425D	T1-T2	50ml/hl	127,50 a (+119,8%)	75,50 a (+160,3%)	32,25 a (+17,3%)	35,50 bc (+63,2%)	40,25 c (-64,8%)	89,00 c (-40,4%)
5	BCP425D	T1-T2	100ml/hl	135,25 a (+133,2%)	94,75 a (+226,7%)	28,25 a (+2,7%)	44,25 b (+103,4%)	36,50 c (-68,1%)	61,00 d (-59,1%)
6	BCP425D	T1-T2	200ml/hl	131,75 a (+127,2%)	83,25 a (+187,1%)	33,25 a (+20,9%)	60,75 a (+179,3%)	35,00 c (-69,4%)	56,00 d (-62,5%)

Từ các điều kiện thử nghiệm này và tính đến mức độ tấn công được thể hiện của loài gây hại mục tiêu trong vùng thử nghiệm, các tác giả sáng chế có thể kết luận rằng: Mức độ gây hại (*Aonidiella aurantii*) trong vùng thử nghiệm có thể được xem là rất cao. Hai lần sử dụng trên lá ở khoảng thời gian 10-14 ngày của BCP425D (chế phẩm EC dầu cam 600 g/l; limonen 95%) đạt kết quả là không chế được rệp vảy đỏ California. Ở một số tỷ lệ liều lượng nhất định, sản phẩm này cho thấy hiệu quả thậm chí còn cao hơn so với sản phẩm tham chiếu DURSBAN 48 EC. BCP425D sử dụng ở nồng độ 200 ml sản phẩm/hl đạt được hiệu quả cao hơn một chút so với sản phẩm tiêu chuẩn DURSBAN 48 EC. BCP425D sử dụng ở nồng độ 100 ml sản phẩm/hl đạt được sự khống chế toàn bộ tương đương với sản phẩm tiêu chuẩn DURSBAN 48 EC. BCP425D sử dụng ở nồng độ 50 ml sản phẩm/hl thể hiện hiệu quả thấp hơn so với sản phẩm tiêu chuẩn DURSBAN 48 EC. BCP425D sử dụng ở nồng độ 25 ml sản phẩm/hl thể hiện kết quả kém nhất giữa các tỷ lệ thử nghiệm khác nhau.

Ví dụ 3: Sử dụng chế phẩm dầu cam EC 600 để tiêu diệt ve (*Tetranychus urticae*, *panonychus citri* hoặc *Eutetranychus banksi*) ở cây họ cam (BI12-CIDSS-02-ES Trial).

Mục đích của nghiên cứu này là xác định đánh giá về hiệu quả của ba chất khống chế sinh học khác nhau trong việc tiêu diệt loài ve (*Tetranychus urticae*, *Panonychus citri* hoặc *Eutetranychus banksi*) ở cây họ cam. Đặc tính của hạng mục thử nghiệm này được so sánh với thuốc diệt côn trùng tiêu chuẩn sử dụng ở tỷ lệ liều lượng thông thường. Hạng mục thử nghiệm này được sử dụng cho cây trồng cùng với các khuyến nghị sử dụng. Thử nghiệm này được tiến hành trên cây họ cam. Nghiên cứu được thực hiện theo nguyên tắc Thực hành Thử nghiệm Tốt (Good Experimental Practice-GEP) như được xác định theo Điều lệ 1107/2009 của liên minh châu Âu.

Đánh giá

Tetranychus urticae của họ cam được xác định trực quan, với sự trợ giúp của chỉ dẫn nhận dạng côn trùng. Sự tấn công của *Tetranychus urticae* chỉ liên quan đến *Tetranychus urticae* và do đó việc xác định trực quan được xem là đủ để kết luận rằng tác nhân gây bệnh là *Tetranychus urticae*. Các đánh giá được thực hiện bằng

cách chọn lọc ngẫu nhiên ít nhất 100 lá được lấy ngẫu nhiên từ các cây họ cam trên mỗi lô đất. Số lượng ấu trùng sống và các con *Tetranychus urticae* trưởng thành sống được đếm và được so sánh với lô đất không được xử lý. Hơn nữa, ở tất cả các đánh giá, các triệu chứng cây bị nhiễm độc gây thiệt hại cho cây trồng như hoại tử hoặc biến dạng được đánh giá. Sức sống (ước lượng khối lượng thực vật theo định lượng) và giai đoạn sinh trưởng của cây trồng được tiến hành trực quan khi so sánh với cây không được xử lý. Mỗi lô đất được xử lý được so sánh với lô không được xử lý và tỷ lệ phần trăm cây bị nhiễm độc và sức sống được ước lượng.

Phương pháp xác định

Số lượng *Tetranychus urticae* sống là tham số phù hợp nhất để đánh giá sự kiện cây họ cam. Đối với tất cả các ngày xử lý và đánh giá, độ đồng nhất phương sai được kiểm tra bằng thử nghiệm Bartlett. Trong trường hợp thử nghiệm này chỉ báo rằng không có độ đồng nhất phương sai thì dữ liệu sẽ được chuyển đổi để thu được độ đồng nhất phương sai đó.

Bảng 6: Thông tin về thử nghiệm và mục tham chiếu

Sản phẩm	Chế phẩm	thành phần hoạt tính	(Các) thành phần tỷ lệ liều
BORNEO	11% trọng lượng/thể tích	Etoxazol	0,05% thể tích/thể tích
BCP425D	600g/L	D-Limonen	0,05% thể tích/thể tích
BCP425D	600g/L	D-Limonen	0,01% thể tích/thể tích
BCP425D	600g/L	D-Limonen	0,02% thể tích/thể tích
BCP425D	817g/L	Dầu khoáng	1% thể tích/thể tích
Tính ổn định trong dung dịch phun: có			

Giá trị trung bình xử lý của mỗi ngày đánh giá được tính và được so sánh bằng cách sử dụng thử nghiệm Student-Newman-Keuls LSD ($p=0,05$). Hiệu quả của chất thử nghiệm được xác định. Các giá trị đọc được trong dãy được xử lý được hiệu chỉnh với các giá trị của dãy đối chứng theo công thức của Abbott (1925): $E = (C-T)/C \times 100$

Tetranychus urticae

C: Số lượng *Tetranychus urticae* sống trong nhóm đối chứng.

T: Số lượng *Tetranychus urticae* sống trong nhóm được xử lý.

Kết quả

Các kết quả được tổng hợp trong các bảng trình bày dưới đây, trong đó số lượng ấu trùng còn sống và con trưởng thành còn sống của *Tetranychus* được lập bảng.

Bảng 7: Số lượng ấu trùng *Tetranychus urticae* còn sống. Hiệu quả (%) theo ABBOTT.

Ngày	10/9	17/9	24/9	10/10
Khoảng thời gian đánh giá	0 DBA A	7 DAA A	0 DAA B	7 DAA B
Cây trồng BBCH	79	81	81	81
T1 Không được xử lý	43 a	42 a	38 a	37,5 a
T2 BORNEO 0,05% thể tích/thể tích	44,3 a	8 b (81%)	10 b (73,7%)	8,5 b (77,3%)
T3 BCP425D 0,05% thể tích/thể tích	38,5 a	18 b (57,1%)	11 b (71,1%)	15,3 b (59,3%)
T4 BCP425D 0,1% thể tích/thể tích	41 a	10 b (76,2%)	16 b (57,9%)	9,3 b (75,3%)
T5 BCP425D 0,2% thể tích/thể tích	34 a	17 b (59,5%)	14 b (63,2%)	14,8 b (60,7%)
LSD (P=,05)	37,18	20,98	21,69	17,65
Độ lệch chuẩn	25,28	14,27	14,75	12,00
CV	59,70	81,10	58,69	52,46

Bảng 8: Số lượng *Anoidiella aurantii* sống trên thân

Ngày		13/9	20/9	21/10
Khoảng thời gian đánh giá		7 DAAC	7 DAAD	31 DAAD
Cây trồng BBCH		74	74	81
T1	Không được xử lý	263,5 a	151,5 a	151,5 a
T2	Dursban 200g/hL (A,D)	45,3 b (82,8%)	46,8 b (69,1%)	53,0 b (65,0%)
T3	Insegar 40g/hL (A)	54,8 b (79,2%)	54,8 b (63,9%)	61,8 b (59,2%)
T4	BCP425D 0,05% (A,C)	88,5 b (66,4%)	84,5 b (44,2%)	84,5 b (44,2%)
T5	BCP425D 0,1% (A,C)	74,8 b (71,6%)	58,5 b (61,4%)	59 b (61,1%)
T6	BCP425D 0,2% (A,C)	65 b (75,3%)	52,5 b (65,3%)	57,3 b (62,2%)
T7	BCP425D 0,4% (A,C)	57,3 b (78,3%)	40,8 b (73,1%)	43,5 b (71,3%)
LSD (P=,05)		50,62	40,50	39,79
Độ lệch chuẩn		34,68	27,75	27,26
CV		40,3	43,78	41,03

Bảng 9: Tỷ lệ phần trăm của quả họ cam với *A. aurantii* (tỷ lệ mắc). Hiệu quả (%) theo ABBOTT trong ngoặc.

Ngày	21/10
Khoảng thời gian đánh giá	31 DAAD
Cây trồng BBCH	81
T1 Không được xử lý	85,0 a
T2 Dursban 200g/hL (A,D)	22,8 bc (73,2%)
T3 Insegar 40g/hL (A)	37,8 b (55,6%)
T4 BCP425D 0,05% (A,C)	41,0 b (51,8%)
T5 BCP425D 0,1% (A,C)	38,0 b (55,3%)
T6 BCP425D 0,2% (A,C)	30,0 bc (64,7%)
T7 BCP425D 0,4% (A,C)	24,8 bc (70,9%)
LSD (P=,05)	13,30
Độ lệch chuẩn	9,11
CV	24,49

Bảng 10: Số lượng quả họ cam không có rệp vảy, có 1-3 con rệp vảy (bán được) và có >3 con rệp vảy (không bán được)

Ngày	21/10		
Khoảng thời gian đánh giá	31 DAAD		
Cây trồng BBCH	81		
Số lượng rệp vảy	Không có rệp vảy	1-3 con rệp vảy (bán được)	>3 con rệp vảy (không bán được)
T1 Không được xử lý	15,0 C	40,0 a	45,0 a
T2 Dursban 200g/hL (A,D)	77,3 ab	13,3 bc	9,5 b
T3 Insegar 40g/hL (A)	62,3 b	23,8 b	14,0 b
T4 BCP425D 0,05% (A,C)	59,0 b	27,0 b	14,0 b
T5 BCP425D 0,1% (A,C)	62,0 b	25,0 b	13,0 b
T6 BCP425D 0,2% (A,C)	70,0 ab	19,0 bc	11,0 b
T7 BCP425D 0,4% (A,C)	75,3 ab	14,3 bc	10,5 b
LSD (P=,05)	13,30	10,57	8,16
Độ lệch chuẩn	9,11	7,24	5,59
CV	14,5	33,2	36,34

Ở lần sử dụng đầu tiên của các mục thử nghiệm *A. aurantii* được thiết lập tốt. Mức độ tấn công ban đầu ở lô đất không được xử lý là đồng đều trong toàn bộ quá trình thử nghiệm. Kết quả là, kết quả thu được có thể được xem là đáng tin cậy.

Đánh giá thứ hai 7 ngày sau lần sử dụng A, việc xử lý bằng BCP425D 0,05% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 61% đối với đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,1% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 71% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng BCP425D 0,2% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 65% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,4% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 67% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn.

Xử lý bằng Dursban 200g/hL (A,D) tham chiếu thể hiện hiệu quả tốt là 83% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Insegar 40 g/hL tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 64% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn.

Đánh giá thứ ba 7 ngày sau lần sử dụng B, việc xử lý bằng BCP425D 0,05% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 53% ở đối chứng *A. aurantii* xét số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,1% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 52% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng BCP425D 0,2% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 70% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,4% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 73% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng Dursban 200g/hL (A,D) tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 71% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Insegar 40g/hL tham chiếu thể hiện hiệu quả thấp là 32% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn.

Đánh giá thứ tư 7 ngày sau lần sử dụng C, việc xử lý bằng BCP425D 0,05% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 66% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,1% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 72% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng BCP425D 0,2% (A,C) thể hiện hiệu quả tốt là 75% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,4% (A,C) thể hiện hiệu quả tốt là 78% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng Dursban 200g/hL (A,D) tham chiếu thể hiện hiệu quả tốt là 83% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Insegar 40g/hL tham chiếu thể hiện hiệu quả tốt là 79% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn.

Đánh giá thứ năm 7 ngày sau khi lần dùng C, việc xử lý bằng BCP425D 0,05% (A,C) thể hiện hiệu quả thấp là 44% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,1% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 61% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng

BCP425D 0,2% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 65% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,4% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 73% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng Dursban 200g/hL (A,D) tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 69% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Insegar 40g/hL tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 64% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn.

Ở đánh giá cuối cùng là 31 ngày sau khi lần rụng A, việc xử lý bằng BCP425D 0,05% (A,C) thể hiện hiệu quả thấp là 44% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,1% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 61% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Việc xử lý bằng BCP425D 0,2% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 62% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Biến thể BCP425D 0,4% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 71% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn.

Việc xử lý bằng Dursban 200g/hL (A,D) tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 65% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn. Insegar 40g/hL tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 59% ở đối chứng *A. aurantii* xét theo số lượng cá thể sống trên ngọn.

Trong lần đánh giá cuối cùng, quả họ cam được đánh giá theo như phân loại tùy thuộc vào số lượng rệp vảy xuất hiện. Việc xử lý bằng BCP425D 0,05% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 52% xét theo số lượng quả bị *A. aurantii* tấn công. 86% quả họ cam có con rệp vảy bất kỳ hoặc từ 1 đến 3 con rệp vảy được phân loại là bán được. Biến thể BCP425D 0,1% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 55% xét theo số lượng quả bị *A. aurantii* tấn công. 86% quả họ cam có con rệp vảy bất kỳ hoặc từ 1 đến 3 con rệp vảy được phân loại là bán được. Việc xử lý bằng BCP425D 0,2% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình là 65% xét theo số lượng quả bị *A. aurantii* tấn công. 87% quả họ cam có con rệp vảy bất kỳ hoặc từ 1 đến 3 con rệp vảy được phân loại là bán được. Biến thể BCP425D 0,4% (A,C) thể hiện hiệu quả trung bình

là 71% xét theo số lượng quả bị *A. aurantii* tấn công. 90% quả họ cam có con rệp vảy bất kỳ hoặc từ 1 đến 3 con rệp vảy được phân loại là bán được.

Việc xử lý bằng Dursban 200g/hL (A,D) tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 73% xét theo số lượng quả bị *A. aurantii* tấn công. 91% quả họ cam có con rệp vảy bất kỳ hoặc từ 1 đến 3 con rệp vảy được phân loại là bán được. Insegar 40g/hL tham chiếu thể hiện hiệu quả trung bình là 56% xét theo số lượng quả bị *A. aurantii* tấn công. 86% quả họ cam có con rệp vảy bất kỳ hoặc từ 1 đến 3 con rệp vảy được phân loại là bán được.

Nghiên cứu này thể hiện các phương án sử dụng các mục thử nghiệm sau với liều lượng được khuyến nghị: BCP425D 0,4% tạo ra hiệu quả nhất quán trong việc kiểm soát *A. aurantii* trên cây họ cam trong khoảng thời gian khoảng hai tháng. Các kết quả này tương đương, thậm chí là tốt hơn so với Dursban 200g/hL và Insegar 40g/hL tham chiếu.

Ví dụ 4: Độ ổn định khi bảo quản

Bảng 11 thể hiện tổng quan về các chế phẩm Limonen khác nhau, khác nhau ở chất hoạt động bề mặt và chất thẩm ướt được sử dụng. Các chế phẩm này được cho tiếp xúc với các điều kiện bảo quản khác nhau và các kết quả được ghi lại. Thông tin tổng hợp được thể hiện trong Bảng 12.

Tất cả các chế phẩm này đều chứa 600ml Limonen và 0,7ml BHT. Chất hoạt động bề mặt có giá trị HLB thường được sử dụng cho nhũ tương của dầu trong nước như muối dodexylbenzen sulfonat của canxi trong dung môi, tristyrylphenol được etoxyl hóa (16EO), dầu thầu dầu được etoxyl hóa (40 EO), rượu béo được etoxyl hóa và propoxyl hóa và butanol được etoxyl hóa và propoxyl hóa thể hiện chế phẩm không ổn định, có sự phân tách pha, sự hình thành gel hoặc sự hình thành kết tủa khi bảo quản ở nhiệt độ thấp, nhiệt độ -5°C hoặc ở nhiệt độ tăng lên, là 54°C, đại diện cho kiểm định độ ổn định khi bảo quản lâu dài.

Phương án được ưu tiên nhất theo sáng chế là chế phẩm với mã BA0893/14.

Các chế phẩm BA0895/14, BA0896/14, BA0897/14 và BA0898 (ví dụ so sánh) không tạo ra nhũ tương đậm đặc, như có thể thấy được từ sự xuất hiện 2 pha (sự phân tách pha) hoặc sự hình thành gel.

Cột đầu tiên được đánh dấu “Sáng chế” thể hiện chế phẩm theo một phương án được ưu tiên, trong đó chất thẩm ướt anion là muối dodexylbenzen sulfonat của trietanolamin. Sự lựa chọn này đem lại một số cải thiện hơn so với khi sử dụng muối dodexylbenzen sulfonat của canxi.

Ví dụ 5: Phân loại

Sản phẩm theo ví dụ 1, với 600g Limonen/l chưa được phân loại về độc tính của nó khi hít phải dựa trên các nghiên cứu về độc tính.

Đáng ngạc nhiên là sản phẩm bán trên thị trường Prev-Am® có 60g/l dầu cam được phân loại Xn (có hại).

Bảng 11: Các hợp phần của chế phẩm được thử nghiệm trong các thử nghiệm về độ ổn định khi bảo quản

Chế phẩm (ml)	BA0893/14 Phương án được ưu tiên theo sáng chế	BA0894/14 Sáng chế	BA0895/14	BA0896/14	BA0897/14	BA0898/14
Dầu cam	600	600	600	600	600	600
BHT	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
Rượu béo được etoxyl hóa (6EO) (HLB 10,5)	132,88	132,88				
Muối dodecylbenzen sulfonat của triethanolamin (HLB 10,6)	161,87		161,87	161,87	161,87	161,87
Muối dodecylbenzen sulfonat của canxi (HLB 8,5)		161,87				
Tristyrylphenol được etoxyl hóa (16EO) (HLB 14,5)			132,88			
Dầu thầu dầu được etoxyl hóa (40 EO) (HLB 16)				132,88		
Rượu béo được propoxyl hóa và etoxyl hóa					132,88	
Butanol được propoxyl hóa và etoxyl hóa (HLB 16,5)						132,88

Bảng 12: Tính chất vật lý về vẻ bên ngoài của các chế phẩm được thử nghiệm

Thử nghiệm/Tính chất vật lý về vẻ bên ngoài	BA0893/14 Phương án được ưu tiên theo sáng chế	BA0894/14 Sáng chế	BA0895/14	BA0896/14	BA0897/14	BA0898/14
Sau 14 ngày ở nhiệt độ trong phòng	lông, màu vàng, trong, đồng nhất	lông, màu vàng, trong, phần đồng đặc ở đáy	lông đục với 2 pha	lông đục với 2 pha	gel, hơi đục, đồng nhất	gel, hơi đục, đồng nhất
Sau 14 ngày ở nhiệt độ 54°C	lông, màu vàng, trong, đồng nhất	lông, màu vàng, trong, đồng nhất	lông đục với 2 pha	lông đục với 2 pha	gel, hơi đục, đồng nhất	gel, hơi đục, đồng nhất
Sau 14 ngày ở nhiệt độ 0°C	lông, màu vàng, trong, phần đồng đặc nhỏ ở đáy	lông, màu vàng, trong, phần đồng đặc nhỏ ở đáy	lông đục với 2 pha	lông đục với 2 pha	gel, hơi đục, đồng nhất	gel, hơi đục, đồng nhất
Sau 14 ngày ở nhiệt độ -5°C	lông, màu vàng, trong, phần đồng đặc nhỏ ở đáy	lông, màu vàng, trong, phần đồng đặc nhỏ ở đáy	lông đục với 2 pha	lông đục với 2 pha	gel, hơi đục, đồng nhất	gel, hơi đục, đồng nhất

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chứa thành phần hoạt tính là limonen với lượng lớn hơn 50% trọng lượng,

chất hoạt động bề mặt nhũ hóa dạng polyme không ion với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 40% trọng lượng, dung môi với lượng nhỏ hơn 10% trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này còn chứa chất thấm ướt anion;

trong đó chất thấm ướt anion này là muối dodexylbenzen sulfonat của trietanolamin;

trong đó chất hoạt động bề mặt nhũ hóa dạng polyme không ion có độ cân bằng ưa nước-ưa mỡ (HLB) nằm trong khoảng từ 7 đến 12; và

trong đó chế phẩm này ở dạng nhũ tương đậm đặc.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm này có độ ổn định khi bảo quản lạnh ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ -5°C đến +4°C trong ít nhất một ngày.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, limonen có mặt dưới dạng dầu giàu terpen.

4. Chế phẩm theo điểm 3, trong đó dầu giàu terpen là dầu cam.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa chất thấm ướt anion với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 15% trọng lượng tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa chất chống oxy hóa được chọn từ danh sách là diphenylamin, etoxyquin, BHA (3-t-butyl-4-hydroxyanisol và 2-t-butyl-4-hydroxyanisol), BHT (2,6-di-tert-butyl-p-cresol), axit ascorbic, tocopheron, polyphenol và hỗn hợp của chúng.

7. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này chứa chất chống oxy hóa với lượng lớn hơn 0% trọng lượng nhưng nhỏ hơn 1% trọng lượng.

8. Phương pháp diệt *Acari* hoặc ve, *Coccoidea* hoặc rệp vảy và *Aleyrodidae* hoặc ruồi trắng, bao gồm các bước sau:

- nhũ hóa chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7 trong nước, theo đó thu được nhũ tương;

- sử dụng nhũ tương này cho các côn trùng nêu trên với lượng hữu hiệu.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó limonen nêu trên có mặt dưới dạng dầu cam.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó dầu cam được sử dụng với tỷ lệ liều lượng là từ 60g đến 1800g dầu cam trên mỗi hecta.