



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

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



1-0038935

(51)⁸ A01N 25/28; A01P 13/00; B01J 13/18; (13) B
A01N 43/54

(21) 1-2018-01156 (22) 02/09/2016
(86) PCT/EP2016/070676 02/09/2016 (87) WO2017/037210 09/03/2017
(30) 15183734.1 03/09/2015 EP
(45) 26/02/2024 431 (43) 25/07/2018 364A
(73) BASF AGRO B.V. (NL)
Velperplein 23, 6811 AH Arnhem, Netherlands
(72) NOLLER, Bastian Marten (DE); FUCHS, Yannick (FR); SIMON, Anja (DE);
SOWA, Christian (DE).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẾ PHẨM VI HẠT CHỨA SAFLUFENACIL, PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP PHÒNG TRỪ THỰC VẬT KHÔNG MONG MUỐN

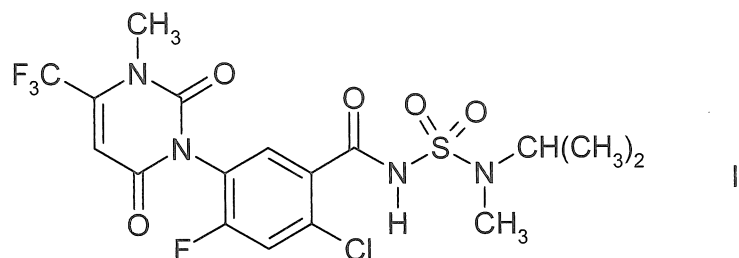
(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm vi hạt chứa saflufenacil và phương pháp điều chế chúng. Chế phẩm vi hạt này là hữu ích trong phòng trừ thực vật không mong muốn. Trong chế phẩm vi hạt, saflufenacil có mặt ở dạng vi hạt, dạng vi hạt này bao gồm saflufenacil rắn, nó được bao quanh hoặc được bọc bởi polyme chất dẻo amin. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp phòng trừ thực vật không mong muốn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm vi hạt chứa saflufenacil, phương pháp điều chế chúng và việc sử dụng các chế phẩm vi hạt này để phòng trừ thực vật không mong muốn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Saflufenacil là tên chung INN của hợp chất phenyluracil có hoạt tính diệt cỏ 2-clo-5-[3,6-dihydro-3-metyl-2,6-dioxo-4-(trifluorometyl)-1-(2H)pyrimidinyl]-4-flo-N-[[metyl(1-metyletyl)amino]sulfonyl]benzamid. Saflufenacil có thể được mô tả bằng công thức I sau:



Saflufenacil đã được mô tả lần đầu trong tài liệu WO 01/083459. Các quy trình khác để điều chế hợp chất này được mô tả trong tài liệu WO 03/097589, WO 05/054208, WO 06/097589 và WO 06/125746. Dạng tinh thể và cơ bản không chứa dung môi của saflufenacil, trong bản mô tả này sau đây được gọi là dạng anhydrat tinh thể, đã được mô tả trong tài liệu WO 08/043835. Hai dạng hydrat tinh thể của saflufenacil đã được mô tả trong tài liệu WO 08/043836. Saflufenacil chỉ hòa tan rất ít trong nước.

Saflufenacil là chất diệt cỏ hoạt tính mạnh, nó ức chế hiệu quả sự sinh trưởng của thực vật không mong muốn ở tỷ lệ áp dụng thấp. Không may, khả năng chọn lọc của nó không phải lúc nào cũng thỏa mãn và việc sử dụng nó ở cây trồng có đôi chút hạn chế. Ngoài ra, saflufenacil không có hoạt tính tồn dư đủ và do đó, sự tái sinh trưởng có thể xuất hiện ngay sau nó được áp dụng.

Các thuốc diệt cỏ, như saflufenacil, thường được áp dụng ở dạng dung dịch nước phun loăng, dung dịch này được điều chế bằng cách pha loăng chế phẩm đặc của thuốc diệt cỏ với nước. Đối với mục đích này, các hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại có thể được phối chế ở dạng rắn, như bột có thể thấm ướt (wetable powders - WP) và hạt

phân tán trong nước (water-dispersible granules WG), cũng như ở dạng lỏng, như nhũ tương, dịch cô đặc có thể nhũ hóa (emulsifiable concentrates - EC), huyền phù nhũ tương (suspoemulsions - SE) hoặc thể đặc huyền phù (suspension concentrates - SC). Để bao gói hiệu quả, đặc biệt quan trọng ở chỗ, các công thức phối chế có thể được pha loãng dễ dàng với nước và dịch pha loãng giữ ổn định trong một thời gian xác định không phân tách thành phần hoạt tính, vì điều này có thể dẫn đến bít tắc vòi phun. Đối với các lý do sinh thái, tốt hơn công thức phối chế không chứa lượng lớn dung môi hữu cơ, các dung môi này chủ yếu có lợi cho các công thức phối chế rắn và công thức phối chế SC nước.

Mặc dù có những lợi ích nêu trên kết hợp với việc sử dụng SC, nhưng có nhiều vấn đề đã biết đối với người có kỹ năng mà đôi khi gặp phải đối với dạng SC do hậu quả của sự lắng tủa trong quá trình bảo quản lâu dài hoặc bảo quản ở nhiệt độ cao, tính kháng các hạt lắng kết đối với tái tạo huyền phù và sự hình thành chất kết tinh khi bảo quản. Do đó, các công thức phối chế có thể khó xử lý và hiệu lực sinh học có thể không nhất quán.

Khi cố gắng phối chế saflufenacil, người ta gặp phải một số vấn đề. Saflufenacil mang chuỗi bên N-amino-sulfonylcarboxamit, chuỗi này có thể trải qua quá trình thủy phân tại các giá trị độ pH kiềm. Ngoài vấn đề nêu trên, saflufenacil có khả năng tồn tại trong các biến thể kết tinh và không kết tinh khác nhau, cụ thể dạng vô định hình, hydrat kết tinh và anhydrat kết tinh, chúng có thể trải qua sự chuyển đổi không được phòng trừ thành dạng kết tinh khác. Sự chuyển đổi này sau đó có thể dẫn đến làm thô hóa các hạt saflufenacil, nhất là khi được phối chế ở dạng thể đặc huyền phù. Các yếu tố này có thể dẫn đến độ ổn định hóa học và vật lý của công thức phối chế giảm, tác dụng mà đặc biệt được nhấn mạnh khi các công thức phối chế được bảo quản trong thời gian dài và/hoặc ở nhiệt độ cao. Các yếu tố nêu trên cũng có thể dẫn đến các đặc tính pha loãng kém vì các hạt saflufenacil có xu hướng tách ra khỏi chế phẩm pha loãng.

Một số chế phẩm phối chế nước ổn định trong nông nghiệp của saflufenacil đã được mô tả. Tài liệu WO 2011/023759 mô tả chế phẩm phối chế huyền phù nước cô đặc chứa saflufenacil-anhydrat và hỗn hợp của các chất hoạt động bề mặt anion và không ion nhất định. Tài liệu WO 2011/023758 mô tả chế phẩm phối chế huyền phù đặc chứa saflufenacil mà nó chứa thêm glyphosate làm chất đồng diệt cỏ. Mặc dù các chế phẩm phối chế này ổn định, nhưng chúng không giải quyết được vấn đề khả năng

chọn lọc cây trồng kém và hoạt tính tồn dư không đủ.

Chủ yếu đã đề cập đến hợp chất có hoạt tính diệt sinh vật gây hại ở dạng chế phẩm vi nang (xem trong H. Mollet, A. Grubenmann "Formulation Technology" 1st ed., Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim 2001, Chapter 6.4 và Chapter 14.2.2). Tạo vi nang chủ yếu có thể đạt được bằng kỹ thuật tạo giọt tụ, sấy phun, phủ tầng sôi, tạo vi nang tĩnh điện hoặc polyme hóa tại chỗ. Những kỹ thuật này cung cấp các hạt hợp chất hoạt tính, trong đó hợp chất hoạt tính được bao quanh bởi nguyên liệu vách bằng polyme.

Phương pháp phổ biến nhất để tạo vi nang đối với các chất hóa nông đó là phương pháp polyme hóa mặt phân giới. Trong quy trình này, chất phản ứng thứ nhất, ví dụ, isoxyanat hoặc axit clorua đa chức năng, được hòa tan trong thành phần hoạt tính lỏng hoặc dung dịch của nó, sau đó được phân tán trong nước và được cho tiến hành polyme hóa bằng cách bổ sung hợp chất đa chức năng có tính phản ứng bù đối với chất phản ứng thứ nhất, ví dụ, diamin hoặc diol (xem trong tài liệu của H. Mollet, A. Grubenmann, loc. cit. page 394 và US 4,107,292, US 5,705,174, US 5,910,314, WO 0027519, EP 8207, US 2004/115280). Quá trình polyme hóa xuất hiện ở mặt phân giới giữa hoạt chất và pha nước đóng kín hoàn toàn các giọt hoạt chất nhỏ bé trong một màng mỏng polyure hoặc polyamit.

Kỹ thuật polyme hóa tại chỗ bao gồm bước tạo vi nang các dung dịch bằng cách sử dụng chất dẻo amin, như nhựa melamin formaldehyt (nhựa MF) hoặc nhựa ure formaldehyt (nhựa UF) hoặc nhựa melamin formaldehyt ure (nhựa MUF). Nhựa chất dẻo amin được sử dụng ở dạng tiền polyme hoặc tiền ngưng tụ của chúng, các dạng này được bổ sung vào nhũ tương nước của nguyên liệu cần được bao nang và lưu hóa bằng cách gia nhiệt và/hoặc làm thay đổi độ pH của hỗn hợp phản ứng để thực hiện quá trình polyme hóa các tiền polyme. Bằng cách đó, thu được huyền phù nước chứa các vi nang, trong đó các hạt nguyên liệu bao nang được bao quanh bằng hoặc được nhúng trong polyme chất dẻo amin. Một khảo sát về phương pháp này được nêu trong tài liệu Acta Polymerica 40, (1989) No. 5, pp. 325-331 và C.A. Finch, R. Bodmeier, Microencapsulation, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6th Edition, 2001 (Electronic Release).

Việc tạo vi nang các chất diệt trừ sinh vật gây hại sử dụng phương pháp polyme hóa tại chỗ thể tiền ngưng tụ của chất dẻo amin đã được mô tả nhiều lần. Ví dụ, tài liệu

US 4,557,755 mô tả việc tạo vi nang các chất diệt trừ sinh vật gây hại hòa tan trong nước bằng cách polyme hóa thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin, như nhựa melamin formaldehyt hoặc melamin ure formaldehyt trong huyền phù nước của hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại với sự có mặt của nhựa ure cation. Phương pháp được đề xuất đối với một số các chất diệt trừ côn trùng và các chất diệt trừ nấm.

Tài liệu US 5,462,915 mô tả quy trình cải thiện để tạo vi nang các chất diệt trừ sinh vật gây hại hòa tan trong nước, quy trình bao gồm bước bổ sung tiền polyme chất dẻo amin lỏng vào huyền phù của chất diệt trừ sinh vật gây hại và rắn hóa tiền polyme ở nhiệt độ trên 100°C. Phương pháp được áp dụng để tạo vi nang các muối không hòa tan trong nước của dicamba. Quy trình tương tự là đã biết trong tài liệu WO 00/27519, quy trình này được áp dụng để tạo vi nang carbofuran.

Tài liệu WO 96/03041 mô tả chế phẩm vi nang của các chất diệt trừ sinh vật gây hại, trong đó các vi nang có lớp chất dẻo amin bên ngoài và lớp bọc sáp bên trong bố trí xung quanh hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại.

Các kỹ thuật tạo vi nang hiện đại bao gồm polyme hóa huyền phù gốc của các monome acrylat không hòa tan trong nước với axit (met)acrylic và tùy ý monome đa chức năng với sự có mặt của nhũ tương dầu/nước của hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại (ví dụ, xem trong tài liệu WO 2012/101070) hoặc polyme hóa nhũ tương gốc của nhũ tương monome nước, trong đó chất diệt trừ sinh vật gây hại được hòa tan hoặc tạo huyền phù trong các giọt monome (ví dụ, xem trong tài liệu WO 2005/102044, WO2006/094792, WO 2006/094978). Tuy nhiên, lượng polyme đáng kể đòi hỏi có thể vượt quá lượng chất diệt trừ sinh vật gây hại.

Mặc dù vi nang có thể cải thiện độc tính cấp tính của chất diệt trừ sinh vật gây hại hoặc làm giảm sự thoái biến, nhưng thường khó có thể đạt được. Cụ thể, sự kết tụ các hạt chất diệt trừ sinh vật gây hại trong hoặc sau khi tạo nang là vấn đề chính, nếu một phương pháp tạo nang, phương pháp này có thể xử lý đối với một hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại cụ thể, không nhất thiết xử lý hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại khác. Khi cố gắng tạo nang chất rắn trong huyền phù nước chứa chất rắn bằng kỹ thuật polyme hóa tại chỗ, chất rắn có xu hướng tích tụ bằng cách đó tạo ra các hạt lớn của các hạt thành phần hoạt tính, các hạt này được nhúng trong nền polyme. Huyền phù thu được theo cách như vậy thường không còn thích hợp nữa để sử dụng trong nông nghiệp. Do đó, không thể tạo nang một cách hiệu quả các hạt chất diệt trừ sinh vật gây hại rắn bằng

cách sử dụng các lượng nhỏ polyme tạo nang.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề cập đến công thức phối chế chứa saflufenacil thể hiện cả độ ổn định vật lý và hóa học cao trong thời gian bảo quản lâu dài trong khi duy trì được tính hiệu quả sinh học của nó. Ngoài ra, cũng cần phải tương thích với các thành phần trộn trong bình mà các thành phần này thường được kết hợp với saflufenacil. Khi pha loãng với nước, công thức phối chế cần tạo ra chế phẩm nước ổn định chứa saflufenacil mà không tạo ra chất thô hạt to hoặc chất lỏng nổi trên bề mặt.

Bất ngờ là, đã phát hiện ra rằng, chế phẩm vi hạt chứa saflufenacil rắn, trong đó saflufenacil rắn được bao quanh hoặc được bọc bởi polyme chất dẻo amin cung cấp hoạt tính tồn dư của saflufenacil được cải thiện tốt hơn. Ngoài ra, các chế phẩm vi hạt này có thể được điều chế một cách dễ dàng khởi đầu từ huyền phù nước chứa saflufenacil rắn. Một cách ngạc nhiên, lượng polyme chất dẻo amin cần thiết để tạo nang hiệu quả saflufenacil là khá nhỏ và thông thường thấp hơn đáng kể so với lượng saflufenacil, đây là lượng được tạo nang.

Do đó, khía cạnh thứ nhất của sáng chế đề cập đến chế phẩm vi hạt, chứa saflufenacil, trong đó saflufenacil có mặt ở dạng vi hạt, các vi hạt này bao gồm saflufenacil rắn, thành phần này được bao quanh hoặc được bọc bởi polyme chất dẻo amin.

Giống như saflufenacil không tạo nang, chế phẩm vi hạt theo sáng chế cung cấp hoạt tính diệt cỏ cao. Ngoài ra, chế phẩm vi hạt theo sáng chế cung cấp hoạt tính tồn dư của saflufenacil được cải thiện tốt hơn. Ngoài các điểm ở trên, chế phẩm vi hạt theo sáng chế có thể cung cấp độ an toàn đối với cây trồng tốt hơn.

Trong chế phẩm vi hạt theo sáng chế, saflufenacil ít có xu hướng bị thoái biến. Do đó, chế phẩm vi hạt theo sáng chế cung cấp cả độ ổn định vật lý và hóa học cao trong thời gian bảo quản lâu dài, trong khi duy trì được tính hiệu quả sinh học của saflufenacil. Ngoài ra, chế phẩm vi hạt theo sáng chế có thể được phối chế một cách dễ dàng. Ngoài ra, chế phẩm vi hạt theo sáng chế ở dạng huyền phù nước cung cấp khả năng tương thích trộn trong bình được cải thiện, và do đó có thể được trộn kết hợp trong bình dễ dàng với các công thức phối chế khác của các chất diệt trừ sinh vật gây hại và không tương tác bất lợi với các công thức phối chế khác về độ ổn định pha loãng của chúng.

Bất ngờ là đã phát hiện ra rằng, saflufenacil rắn có thể được tạo vi nang một cách hiệu quả bằng cách sử dụng thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin và tiến hành quy trình được mô tả dưới đây. Do đó, khía cạnh thứ hai theo sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chế phẩm vi hạt như được mô tả ở đây, quy trình này bao gồm các bước sau:

- i) cung cấp huyền phù nước chứa các hạt saflufenacil rắn;
- ii) bổ sung thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin vào huyền phù nước chứa các hạt saflufenacil;
- iii) Thực hiện phản ứng đa trùng ngưng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin, ví dụ, bằng cách gia nhiệt huyền phù nước của bước ii) ở độ pH, trong đó phản ứng đa trùng ngưng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin sẽ xảy ra tại nhiệt độ phản ứng.

Quy trình này sinh ra huyền phù nước ổn định, trong đó saflufenacil có mặt ở dạng vi hạt, dạng vi hạt này bao gồm saflufenacil rắn, nó được bao quanh hoặc được bọc bởi polyme chất dẻo amin. Từ huyền phù này, các vi hạt có thể được phân lập, nếu cần thiết. Một cách ngạc nhiên, quy trình này không dẫn đến sự tích tụ đáng kể các hạt saflufenacil, như được quan sát thấy đối với các kỹ thuật polyme hóa tại chỗ khác.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong chế phẩm vi hạt theo sáng chế, saflufenacil có mặt ở dạng vi hạt, dạng vi hạt này bao gồm saflufenacil rắn làm nguyên liệu lõi. Trong các vi hạt, saflufenacil rắn tạo ra nguyên liệu lõi mà nó được bao quanh hoặc được bọc bởi ít nhất một polyme chất dẻo amin. Theo ngữ cảnh này, cần phải hiểu rằng, các polyme chất dẻo amin có thể tạo ra vỏ đều hoặc không đều mà vỏ này bao xung quanh hoặc bọc lấy nguyên liệu lõi. Các vi hạt có thể có lõi rắn đơn được tạo ra bằng saflufenacil và vỏ hoặc chất nền được tạo ra bởi polyme chất dẻo amin. Đương nhiên, cũng có thể các vi hạt có “kết cấu vùng”, kết cấu này bao gồm số lượng các hạt saflufenacil rắn xác định, ví dụ, 3 đến 10 hạt, của saflufenacil vô định hình hoặc kết tinh, được bọc bởi polyme chất dẻo amin. Không nhất thiết, polyme chất dẻo amin tạo ra vỏ đóng kín hoàn toàn. Tuy nhiên, vỏ thường sẽ hoàn toàn bao quanh nguyên liệu lõi như màng, bằng cách đó tạo ra hàng rào giữa nguyên liệu lõi và nguyên liệu bao quanh.

Các polyme chất dẻo amin, chúng cũng được gọi là nhựa amin, nhựa ngưng tụ amin hoặc nhựa amit là các sản phẩm đa trùng ngưng của một hoặc nhiều aldehyt, như formaldehyt, axetaldehyt, propanal, glyoxal hoặc glutaraldehyt, với một hoặc nhiều hợp chất amin thông thường có ít nhất hai amin bậc nhất, như ure, thioure, melamin, chúng

có thể được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, xyanoguanamin (= dixyandiamit) và benzoguanamin. Ví dụ về các polyme chất dẻo amin là các chất đa trùng ngưng của melamin và formaldehyt (nhựa melamin-formaldehyt hoặc nhựa MF), bao gồm nhựa dẫn xuất từ các chất ngưng tụ melamin-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, nhựa ure-formaldehyt (UF resins), nhựa thioure-formaldehyt (nhựa TUF), các chất đa trùng ngưng của melamin, ure và formaldehyt (nhựa MUF), bao gồm nhựa dẫn xuất từ các chất ngưng tụ melamin-ure-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, các chất đa trùng ngưng của melamin, thioure và formaldehyt (nhựa MTUF, bao gồm nhựa dẫn xuất từ các chất ngưng tụ melamin-thioure-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, nhựa ure-glutaraldehyt, các chất đa trùng ngưng benzoguanamin-formaldehyt, các chất đa trùng ngưng dixyandiamit formaldehyt và các chất đa trùng ngưng ure-glyoxal. Các polyme chất dẻo amin thích hợp để tạo vi nang là đã biết và có thể được tìm thấy, không kể các tài liệu khác, trong tài liệu Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd edition, Vol. 2, pp. 440-469, the prior art cited in the introductory part, US 4,918,317, EP 26914, EP 218887, EP 319337, EP 383,337, EP 415273, DE 19833347, DE 19835114 và WO 01/51197.

Trong các nhựa UF và TUF, tỷ lệ mol của ure hoặc thioure trên formaldehyt thông thường nằm trong khoảng từ 1:0,8 đến 1:4, tốt hơn từ 1:1,5 đến 1:4, tốt nhất từ 1:2 đến 1:3,5. Nếu glutaraldehyt được sử dụng thay cho formaldehyt, tỷ lệ mol của ure hoặc thioure trên glutaraldehyt có thể tốt hơn nằm trong khoảng từ 1:1,2 đến 1:3, tốt nhất nằm trong khoảng từ 1:1,5 đến 1:2,5.

Trong các nhựa MF và MUF, tỷ lệ mol của melamin trên formaldehyt thông thường nằm trong khoảng từ 1:1,5 đến 1:10, tốt hơn từ 1:3 đến 1:8, tốt nhất từ 1:4 đến 1:6.

Trong các nhựa MUF và MTUF, tỷ lệ mol của melamin + ure hoặc thioure trên formaldehyt thông thường nằm trong khoảng từ 1:0,8 đến 1:9, tốt hơn từ 1:2 đến 1:8, tốt nhất từ 1:3 đến 1:6. Tỷ lệ mol của ure hoặc thioure trên melamin có thể nằm trong khoảng từ 50:1 đến 1:100 và tốt hơn từ 30:1 đến 1:30.

Khi điều chế các nhựa chất dẻo amin nêu trên, các thể tiền ngưng tụ có thể được sử dụng ở dạng thể tiền ngưng tụ được ete hóa của hợp chất amin và aldehyt. Trong các thể tiền ngưng tụ được ete hóa này, các nhóm metylol hình thành bởi phản ứng của các nhóm amin với formaldehyt với alkanol hoặc alkandiol, tốt hơn với C₁-C₄-alkanol, như

metanol, etanol, n-propanol hoặc n-butanol, tốt hơn là metanol, hoặc C₂-C₄-alkandiol, như etylen glycol. Mức độ ete hóa của các nhựa này có thể được điều chỉnh bằng tỷ lệ mol của các nhóm amin trên alkanol, tỷ lệ này điển hình nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, tốt hơn nằm trong khoảng từ 2:1 đến 1:5.

Nguyên liệu polyme chất dẻo amin, nguyên liệu này bao quanh hoặc bọc saflufenacil rắn, tốt nhất được chọn từ nhóm gồm nhựa melamin-formaldehyt, bao gồm cả nhựa melamin-formaldehyt dẫn xuất từ các chất ngưng tụ melamin-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, và nhựa ure-formaldehyt và hỗn hợp của chúng. Tốt nhất nguyên liệu polyme chất dẻo amin mà nguyên liệu này bao quanh hoặc bọc saflufenacil rắn là nhựa melamin-formaldehyt, cụ thể là nhựa melamin-formaldehyt, nhựa này dẫn xuất từ các chất ngưng tụ melamin-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, chúng có thể chứa lượng nhỏ, ví dụ, từ 1 đến 20% mol của ure, dựa vào melamin.

Trong chế phẩm vi hạt theo sáng chế, lượng nguyên liệu polyme chất dẻo amin, nguyên liệu này bao quanh hoặc bọc saflufenacil rắn, thường không vượt quá lượng saflufenacil được chứa trong chế phẩm và tốt hơn nhiều nhất là 40% theo khối lượng, cụ thể nhiều nhất là 35% theo khối lượng và tốt nhất nhiều nhất là 30% theo khối lượng hoặc nhiều nhất là 25% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của saflufenacil và polyme chất dẻo amin. Lượng nguyên liệu polyme chất dẻo amin, nguyên liệu này bao quanh hoặc bọc saflufenacil rắn, tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,5 đến 40% theo khối lượng, tốt hơn từ 1 đến 35% theo khối lượng và tốt nhất từ 5 đến 25% theo khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của nang, tức là dựa vào tổng lượng của saflufenacil và polyme chất dẻo amin. Nguyên liệu polyme của chế phẩm vi hạt theo sáng chế mà nó bao quanh hoặc bọc saflufenacil rắn có thể bao gồm thêm polyme không hòa tan trong nước. Tuy nhiên, lượng các polyme như vậy thường không vượt quá 20% tổng lượng của nguyên liệu polyme tạo nang, và tốt hơn không vượt quá 10% theo khối lượng của tổng lượng của nguyên liệu polyme, nguyên liệu này bao quanh hoặc bọc saflufenacil rắn.

Saflufenacil rắn, nó được bao quanh hoặc được bọc bởi ít nhất một polyme chất dẻo amin, có thể là dạng bất kỳ của saflufenacil rắn, bao gồm saflufenacil vô định hình và đặc biệt là saflufenacil kết tinh, ví dụ, anhydrat kết tinh của saflufenacil như được mô tả trong tài liệu WO 08/043835 hoặc hydrat kết tinh của saflufenacil như được mô tả trong WO 08/043836.

Ngoài saflufenacil rắn, nguyên liệu lõi của các vi hạt có thể chứa dầu, ví dụ, dung môi hydrocacbon, như hydrocacbon thơm, parafin hoặc isoparafin, tốt hơn có điểm sôi trên 100°C , dầu thực vật, như dầu ngô, dầu hạt cải, hoặc este của axit béo, như $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ -alkyleste của axit béo $\text{C}_{10}\text{-C}_{22}$, đặc biệt là metyl hoặc etyl este của dầu thực vật như dầu hạt cải metyl este hoặc dầu ngô metyl este. Theo một phương án cụ thể, nguyên liệu lõi không chứa dầu như được xác định ở đây hoặc thấp hơn 10% theo khối lượng của dầu, căn cứ vào khối lượng của nguyên liệu lõi. Cụ thể, lõi không chứa dầu.

Ngoài saflufenacil rắn, nguyên liệu lõi của các vi hạt có thể chứa thêm hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại khác, đặc biệt là hợp chất diệt cỏ hoặc chất an toàn, tốt hơn có tính hòa tan trong nước giảm, lượng này thường không vượt quá 10g/l, tốt hơn là 5g/l hoặc thậm chí 1g/l ở nhiệt độ 25°C (nước khử ion). Cụ thể, saflufenacil rắn chiếm ít nhất 80%, tốt hơn ít nhất 90% chất diệt trừ sinh vật gây hại được chứa trong các vi hạt.

Vi hạt theo sáng chế là các hạt riêng biệt thông thường có cỡ hạt nhỏ hơn $50\mu\text{m}$. Tốt hơn, cỡ hạt của các vi hạt, tức là đường kính của chúng, thông thường không vượt quá $40\mu\text{m}$, tốt hơn không vượt quá $35\mu\text{m}$ và tốt nhất không vượt quá $30\mu\text{m}$. Cỡ hạt xác định là giá trị được gọi là giá trị d_{90} , giá trị này cần được hiểu là giá trị mà nó không được vượt quá bởi các đường kính của ít nhất 90% theo khối lượng của các vi hạt. Các vi hạt có đường kính hạt trung bình, ở đây cũng được gọi là giá trị d_{50} , nằm trong khoảng từ từ 1 đến $25\mu\text{m}$, tốt hơn từ 1,5 đến $20\mu\text{m}$, tốt nhất từ 2 đến $10\mu\text{m}$. Giá trị d_{50} được xác định là giá trị mà nó cao hơn các đường kính của 50% theo khối lượng của các hạt và thấp hơn các đường kính của 50% theo khối lượng của các hạt. Giá trị d_{90} cũng như giá trị d_{50} có thể được tính toán từ sự phân bố cỡ hạt của các vi hạt. Thông thường, giá trị d_{10} của các hạt, tức là giá trị của các đường kính mà ít nhất 10% theo khối lượng của các vi hạt vượt quá, ít nhất là $0,5\mu\text{m}$ và ví dụ, có thể nằm trong khoảng từ $0,5\mu\text{m}$ đến $10\mu\text{m}$, tốt hơn từ 1 đến $5\mu\text{m}$. Sự phân bố cỡ hạt của các vi hạt (tức là, các đường kính) có thể được xác định bằng các phương pháp thông thường như phương pháp tán xạ ánh sáng động hoặc tán xạ ánh sáng tĩnh của thể khuếch tán nước của chế phẩm vi hạt, ví dụ, ở nhiệt độ 25°C và nồng độ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% theo khối lượng.

Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, chế phẩm vi hạt chứa ít nhất một chất có hoạt tính bề mặt polyme anion A, sau đây gọi là chất hoạt động bề mặt polyme anion, chất này chứa nhiều nhóm anion, như nhóm cacboxylat, nhóm sulfonat, nhóm

phosphonat, nhóm sulfat và/hoặc nhóm phosphat.

Tốt hơn, các nhóm anion được lựa chọn từ các nhóm sulfonat. Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt polyme A bao gồm chất hoạt động bề mặt của các nhóm từ A1 đến A3 sau, bao gồm cả các muối của chúng:

- A.1 các axit sulfonic dựa vào lignin, như axit lignosulfonic, axit lignosulfonic etoxy hóa hoặc các lignin oxy hóa;
- A.2 các chất ngưng tụ axit arylsulfonic formaldehyt và các chất ngưng tụ axit arylsulfonic formaldehyt ure, như các chất ngưng tụ naphthalen axit sulfonic formaldehyt, các chất ngưng tụ phenol axit sulfonic formaldehyt, các chất ngưng tụ cresol axit sulfonic formaldehyt, v.v.;
- A.3 và các homo- hoặc copolyme của các monome không no về mặt monoetylen M1 có nhóm axit sulfonic tùy ý với một hoặc nhiều comonome M2 khác với các monome M1.

Nhóm anion trong các chất hoạt động bề mặt polyme anion này có thể được trung hòa một phần hoặc hoàn toàn. Các đối ion thích hợp là các ion kim loại kiềm, như natri, kali, các ion kiềm thổ như magie hoặc canxi, và amoni. Trong trường hợp chất hoạt động bề mặt polyme anion có nhóm sulfonat, các nhóm anion tốt hơn được trung hòa ít nhất một phần.

Các chất hoạt động bề mặt polyme tốt hơn được lựa chọn từ các nhóm A.2 và A.3, tốt nhất từ nhóm A.3.

Tốt hơn, chất hoạt động bề mặt polyme A.3 được lựa chọn từ các homo- và copolyme được tạo ra từ

- i) ít nhất một monome không no về mặt monoetylen M1 có nhóm axit sulfonic, như axit vinylsulfonic, axit allylsulfonic, axit styrensulfonic, axit vinyltoluensulfonic, các monome (met)acrylat có nhóm axit sulfonic, như axit 2-acryloxyethylsulfonic, axit 2-acryloxypropylsulfonic hoặc axit 4-acryloxybutylsulfonic, và monome (met)acrylamit có nhóm axit sulfonic, như axit 2-acrylamidoethylsulfonic, axit 2-acrylamidopropylsulfonic hoặc axit 2-acrylamido-2-metylpropan sulfonic
- ii) và tùy ý một hoặc nhiều comonome không no về mặt monoetylen M2 khác với các monome M1, như styren, C₁-C₄-alkylacrylat, C₁-C₄-alkylmetacrylat, acrylamit, metacrylamit, axit acrylic, axit metacrylic, C₁-C₄-alkylacrylat, C₁-C₄-alkylmetacrylat.

Trong các nhóm phương án cụ thể, chất hoạt động bề mặt polyme A bao gồm hoặc được lựa chọn từ các homo- và copolyme của nhóm A.3, tốt hơn từ các homo- và copolyme được tạo ra từ

- i) các monome M1, chúng được lựa chọn từ các monome (met)acrylat có nhóm axit sulfonic, như axit 2-acryloxyetylsulfonic, axit 2-acryloxypropylsulfonic hoặc 4-acryloxybutylsulfonic, và monome (meth)acrylamit có nhóm axit sulfonic, như axit 2-acrylamidoetylsulfonic, axit 2-acrylamidopropylsulfonic hoặc axit 2-acrylamido-2-metylpropan sulfonic,
- ii) và tùy ý một hoặc nhiều comonome không no về mặt monoetylen M2 khác với các monome M1, như styren, C₁-C₄-alkylacrylat, C₁-C₄-alkylmetacrylat, acrylamit, metacrylamit, axit acrylic, axit metacrylic, C₁-C₄-alkylacrylat, C₁-C₄-alkylmetacrylat.

Đặc biệt, chất hoạt động bề mặt polyme A.3 bao gồm hoặc được lựa chọn từ các homo- và copolyme của

- i) các monome M1, chúng là axit 2-acrylamido-2-metylpropan sulfonic,
- ii) và tùy ý một hoặc nhiều comonome không no về mặt monoetylen M2 khác với các monome M1, như styren, C₁-C₄-alkylacrylat, C₁-C₄-alkylmetacrylat, acrylamit, metacrylamit, axit acrylic, axit metacrylic, C₁-C₄-alkylacrylat, C₁-C₄-alkylmetacrylat.

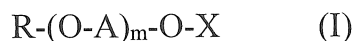
Trong các chất hoạt động bề mặt polyme A.3 được ưu tiên, đặc biệt được ưu tiên hoặc được ưu tiên nhất này, lượng của các monome M1 tốt hơn ít nhất là 50% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của các monome tạo ra chất hoạt động bề mặt polyme. Thậm chí tốt hơn nữa là các chất hoạt động bề mặt polyme A, chúng là các homo- hoặc copolyme của các monome M1, trong đó lượng của các monome M1 ít nhất là 90% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của các monome tạo thành chất hoạt động bề mặt polyme. Các polyme này là đã biết, ví dụ, có sẵn trên thị trường dưới các tên thương mại Lupasol S và Lupasol PA 140 (từ nhà phân phối BASF SE).

Trong các nhóm phương án cụ thể khác, chất hoạt động bề mặt polyme A bao gồm hoặc được lựa chọn từ các chất hoạt động bề mặt thuộc nhóm A.2, tức là các chất ngưng tụ axit arylsulfonic formaldehyt và các chất ngưng tụ axit arylsulfonic formaldehyt ure, tốt hơn từ các chất ngưng tụ naphthalen axit sulfonic formaldehyt.

Lượng chất hoạt động bề mặt polyme anion A trong chế phẩm tốt hơn nằm trong

khoảng từ 0,1 đến 50% theo khối lượng, tốt hơn từ 2 đến 40% theo khối lượng và tốt nhất từ 3 đến 30% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của saflufenacil và polyme chất dẻo amin.

Được phát hiện là có lợi nếu như chất hoạt động bề mặt polyme A được kết hợp với một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt anion B khác mà chúng khác với các loại nêu trên, chúng cung cấp tính ổn định của chế phẩm nước chứa các vi hạt. Hợp chất hoạt động bề mặt anion B thích hợp là các chất hoạt động bề mặt có một nhóm anion, nhóm này được lựa chọn từ các nhóm phosphat hoặc phosphonat và các nhóm sulfat hoặc sulfonat, các hợp chất nêu sau được ưu tiên hơn. Các chất hoạt động bề mặt B này thông thường sẽ được bao gồm trong chế phẩm vi hạt ở dạng muối của chúng, cụ thể là các muối natri, kali hoặc amoni. Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt anion B bao gồm các muối của alkylsulfonat, alkylsulfat, alkylphosphat, các este bán phần của các alkanol alkoxyl hóa bằng axit sulfuric hoặc axit phosphoric, alkylarylsulfonat, alkylarylphosphat, các este bán phần của các alkylphenol alkoxyl hóa bằng axit sulfuric hoặc axit phosphoric và các este bán phần của các mono-, di- hoặc tristyrilphenol alkoxyl hóa bằng axit sulfuric hoặc axit phosphoric. Trong số các chất hoạt động bề mặt anion B này, các chất hoạt động bề mặt có công thức 8I) là được ưu tiên:



trong đó

R là gốc hydrocacbon có từ 8 đến 40 nguyên tử cacbon và tốt hơn từ 12 đến 30 nguyên tử cacbon và tùy ý một nguyên tử oxy;

A độc lập với nhau là 1,2-etylen, 1,2-propylen hoặc 1,3-propylen, tốt nhất là 1,2-etylen;

m nằm trong khoảng từ 0 đến 50, tốt hơn từ 0 đến 30 và tốt nhất từ 0 đến 20; và

X là SO_3M hoặc PO_3M_2 với M được lựa chọn từ H, các ion kim loại kiềm, như K và Na, các ion kim loại kiềm thổ, như $\frac{1}{2}Ca$ và $\frac{1}{2}Mg$ và amoni. Tốt hơn, M là ion kim loại kiềm và tốt nhất là natri.

Ví dụ về các gốc hydrocacbon R thích hợp có từ 8 đến 40 nguyên tử cacbon là alkyl có từ 8 đến 40 và tốt hơn từ 12 đến 30 nguyên tử cacbon, phenyl mà nhóm này có thể được thế bằng 1 hoặc 2 gốc alkyl có từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon, phenyl mà nhóm này được thế bằng gốc phenoxy, trong đó phenyl và/hoặc phenoxy có thể chứa gốc alkyl có từ 4 đến 20 nguyên tử cacbon, gốc tristyrilphenyl, v.v.. Theo một phương án

ưu tiên của sáng chế, gốc R trong công thức I là gốc tristyrylphenyl.

Được ưu tiên là các chất hoạt động bề mặt anion B có công thức (I), trong đó R, m và X có các ý nghĩa sau:

R là alkyl có từ 8 đến 30, tốt hơn từ 10 đến 20 nguyên tử cacbon,

m là 0,

X là SO_3M với m được lựa chọn từ các ion kim loại kiềm, như K và Na, các ion kim loại kiềm thổ, như $\frac{1}{2}\text{Ca}$ và $\frac{1}{2}\text{Mg}$ và amoni. Tốt hơn, M là kim loại kiềm và tốt nhất là natri.

Nếu có mặt, lượng chất hoạt động bề mặt anion B, in particular the hợp chất hoạt động bề mặt có công thức (I), tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% theo khối lượng, tốt hơn từ 0,3 đến 7% theo khối lượng và tốt nhất từ 0,5 đến 5% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của saflufenacil và polyme chất dẻo amin. Nếu có mặt, lượng chất hoạt động bề mặt anion B, đặc biệt là hợp chất hoạt động bề mặt có công thức (I), tốt hơn được chọn sao cho tỷ lệ khối lượng của chất hoạt động bề mặt polyme anion A trên chất hoạt động bề mặt anion B nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1 tốt hơn từ 2:1 đến 10:1.

Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa hợp chất hoạt động bề mặt không ion (chất hoạt động bề mặt không ion). Chất hoạt động bề mặt không ion tốt hơn bao gồm các hợp chất hoạt động bề mặt trung tính có công thức (II),



trong đó

R' là gốc hydrocacbon có từ 8 đến 40 và tốt hơn nữa từ 12 đến 30 nguyên tử cacbon và tùy ý có một nguyên tử oxy,

B là $\text{C}_2\text{-C}_4\text{-alkan-1,2-diyl}$, như 1,2-etylen, 1,2-propylen hoặc 1,2-butylen hoặc tổ hợp của chúng và tốt hơn nữa là 1,2-etylen hoặc tổ hợp của nó với 1,2-propylen, và

n nằm trong khoảng từ 3 đến 100, tốt hơn từ 4 đến 50 và tốt hơn nữa từ 5 đến 40.

Ví dụ về các gốc hydrocacbon R' thích hợp bao gồm các gốc đã nêu của R. Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, gốc R' là gốc phenyl được thế bằng một nhóm $\text{C}_4\text{-C}_{18}\text{-alkyl}$.

Nếu có mặt, lượng chất hoạt động bề mặt không ion, cụ thể là hợp chất hoạt động bề mặt có công thức (II), tốt hơn nằm trong khoảng từ 1 đến 150 g/L, tốt hơn từ 2 đến 60 g/L trong chế phẩm cuối cùng. Trong một phương án cụ thể theo sáng chế, chế phẩm

không chứa chất hoạt động bề mặt không ion hoặc dưới 1% theo khối lượng của chất hoạt động bề mặt không ion, tốt hơn dưới 0,5% theo khối lượng của chất hoạt động bề mặt không ion, dựa vào tổng lượng của saflufenacil và polyme chất dẻo amin.

Trong các nhóm phương án cụ thể, chế phẩm vi hạt là ở dạng huyền phù nước. Huyền phù như vậy chứa các vi hạt saflufenacil rắn ở pha phân tán, và môi trường nước là và tiếp tục. Huyền phù nước có thể thu được bằng quy trình điều chế chế phẩm vi hạt như được mô tả ở đây. Huyền phù nước cũng có thể thu được bằng phương pháp tái phân tán chế phẩm vi hạt rắn như được mô tả ở đây trong môi trường nước.

Thuật ngữ "môi trường nước" thể hiện pha lỏng của chế phẩm và bao gồm dung môi nước và tùy ý, các hợp chất hòa tan trong đó, ví dụ, các chất hoạt động bề mặt như nêu ở trên, và nếu có mặt, một hoặc nhiều chất phụ gia phối chế thông thường, như các chất làm đặc hoặc dioxit. Dung môi nước của huyền phù nước là nước hoặc hỗn hợp của nó với dung môi hữu cơ trộn lẫn được trong nước, như C₁-C₄-alkanol, ví dụ, metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, 2-butanol, isobutanol, hoặc tert. butanol, C₂-C₅-alkandiol và C₃-C₈-alkantriol, tốt hơn từ nhóm gồm etylen glycol, 1,2-propandiol, 1,3-propandiol, glyxerol và 1,4-butandiol. Nói chung, lượng nước trong dung môi nước ít nhất là 50% theo khối lượng, tốt hơn ít nhất 80% theo khối lượng hoặc ít nhất 90% theo khối lượng, dựa vào dung môi nước. Dung môi nước có thể chủ yếu bao gồm nước, tức là nước chiếm ít nhất 95% theo khối lượng của tổng lượng của dung môi có mặt trong huyền phù. Dung môi nước cũng có thể là hỗn hợp của dung môi hữu cơ trộn lẫn được trong nước nêu trên và nước. Trong trường hợp nêu sau, tỷ lệ khối lượng của nước trên dung môi hữu cơ trộn lẫn được trong nước trong dung môi nước tốt hơn nằm trong khoảng từ 99:1 đến 1:1; tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 50:1 đến 3:1; và tốt nhất nằm trong khoảng từ 20:1 đến 4:1. Được biểu diễn theo cách khác, lượng dung môi hữu cơ có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 50% theo khối lượng, tốt hơn nữa từ 2 đến 25% theo khối lượng, và tốt nhất từ 5 đến 20% theo khối lượng, dựa vào tổng khối lượng của dung môi nước.

Huyền phù nước thông thường sẽ chứa các vi hạt với lượng ít nhất 5% theo khối lượng và lượng có thể lên tới 50% theo khối lượng hoặc thậm chí cao hơn nữa, trong mỗi trường hợp dựa vào tổng lượng của huyền phù nước và được tính toán theo tổng lượng của chất dẻo amin-polyme và saflufenacil. Thường thường, huyền phù nước sẽ chứa các vi hạt với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 45% theo khối lượng, tốt hơn từ

20 đến 40% theo khối lượng, trong mỗi trường hợp dựa vào tổng lượng của huyền phù nước và được tính toán theo tổng lượng của chất dẻo amin-polyme và saflufenacil. Nồng độ của saflufenacil trong huyền phù nước thường sẽ nằm trong khoảng từ 5 đến 40% theo khối lượng, tốt hơn từ 15 đến 30% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù nước.

Nếu có mặt, nồng độ của chất hoạt động bề mặt anion polyme A trong huyền phù nước thường sẽ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15% theo khối lượng, tốt hơn từ 0,2 đến 6% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù nước của các vi hạt.

Nếu có mặt, nồng độ của chất hoạt động bề mặt anion B trong huyền phù nước thường sẽ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15% theo khối lượng, tốt hơn từ 0,2 đến 6% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù nước của các vi hạt.

Chế phẩm nước theo sáng chế cũng có thể bao gồm các chất phụ gia phối chế thông thường, như các chất hỗ trợ làm thay đổi độ nhớt (chất làm đặc), tác nhân chống tạo bọt, chất bảo quản, dung dịch đệm, thể phân tán vô cơ, v.v., thông thường được sử dụng trong phối chế dạng nước của các thuốc diệt cỏ. Các chất phụ gia như vậy có thể được kết hợp vào trong huyền phù nước sau khi đã thực hiện bước iii) của quy trình điều chế được mô tả ở đây. Lượng chất hỗ trợ thường không vượt quá 10% theo khối lượng, tốt hơn 5% theo khối lượng của tổng lượng của huyền phù nước.

Các thể phân tán vô cơ thích hợp, cũng được gọi là các tác nhân chống đông vón, để ngăn chặn agglutination các vi hạt, là silic dioxit (ví dụ như Sipernat® 22 từ nhà cung cấp Degussa), alumin, canxi cacbonat và chất tương tự. Theo ngữ cảnh của sáng chế, silic dioxit là thể phân tán vô cơ được ưu tiên. Nồng độ của thể phân tán vô cơ trong huyền phù cuối cùng thường không vượt quá 2% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù cuối cùng, và nếu có mặt, nồng độ này tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% theo khối lượng, tốt hơn từ 0,02 đến 1,5% theo khối lượng và tốt nhất từ 0,1 đến 1% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của chế phẩm phối chế cuối cùng.

Chất làm đặc thích hợp là các hợp chất mà chúng ảnh hưởng đến trạng thái dòng chảy của thể đặc huyền phù và có thể hỗ trợ trong việc làm ổn định huyền phù nước của các vi hạt chống lại sự đông vón. Về vấn đề này, ví dụ có thể kể đến các chất làm đặc có sẵn trên thị trường có gốc polysacarit, như metylxenluloza, carboxymetylxenluloza, hydroxypropylxenluloza (các loại Klucel®), Xanthan Gum (có sẵn trên thị trường, ví dụ như các loại Kelzan® từ nhà cung cấp Kelco hoặc các loại Rhodopol® từ nhà cung cấp

Rhodia), các polyme tổng hợp, như polyme axit acrylic (các loại Carbopol®), rượu polyvinyl (ví dụ, các loại Mowiol® và Poval® từ nhà cung cấp Kuraray) hoặc polyvinyl pyrolon, axit silixic hoặc phyllosilicat, như montmorillonit và bentonit, chúng có thể được làm cho kỵ nước, (có sẵn trên thị trường như các loại Attaclay® và các loại Attaflow® từ nhà cung cấp BASF SE; hoặc như các loại Veegum® và Van Gel® từ nhà cung cấp R.T. Vanderbilt). Theo ngữ cảnh của sáng chế, Xanthan Gum là chất làm đặc được ưu tiên. Nồng độ của các chất làm đặc trong huyền phù nước thường không vượt quá 2% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù nước, và tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% theo khối lượng, tốt hơn từ 0,02 đến 1,5% theo khối lượng và tốt nhất từ 0,1 đến 1% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù nước hoặc chế phẩm phối chế cuối cùng tương ứng.

Tác nhân chống tạo bọt thích hợp trong các chế phẩm theo sáng chế là, ví dụ, nhũ tương silicon (ví dụ như Silicone SRE-PFL từ nhà cung cấp Wacker hoặc Rhodorsil® từ nhà cung cấp Bluestar Silicones), polysiloxan và polysiloxan cải biến bao gồm polysiloxan polyme khối như các sản phẩm FoamStar® SI và FoamStar® ST của BASF SE, các rượu mạch dài, axit béo, các hợp chất flo hữu cơ và hỗn hợp của chúng.

Chất bảo quản thích hợp để ngăn chặn sự hư hỏng do vi khuẩn của chế phẩm theo sáng chế bao gồm formaldehyt, các alkyl este của axit p-hydroxybenzoic, natri benzoat, 2-bromo-2-nitropropan-1,3-diol, o-phenylphenol, thiazolinon, như benzisothiazolinon, 5-clo-2-metyl-4-isothiazolinon, pentaclophenol, rượu 2,4-dilobenzyl và hỗn hợp của chúng. Chất bảo quản có sẵn trên thị trường mà có gốc isothiazolinon là, ví dụ các sản phẩm được đưa ra thị trường dưới tên thương mại Proxel® (Arch Chemical), Acticide® MBS (Thor Chemie) và Kathon® MK (Rohm & Haas).

Nếu thích hợp, chế phẩm theo sáng chế, nhất là huyền phù nước, có thể bao gồm dung dịch đệm để điều chỉnh độ pH. Ví dụ về dung dịch đệm là muối kim loại kiềm của các axit vô cơ hoặc hữu cơ yếu, ví dụ như axit phosphoric, axit boric, axit axetic, axit propionic, axit xitric, axit fumaric, axit tartaric, axit oxalic và axit suxinic.

Ngoài ra, chế phẩm theo sáng chế, nhất là huyền phù nước, có thể được phối chế với các chất kết dính thông thường, ví dụ thể phân tán polyme nước, nhựa hòa tan trong nước, ví dụ nhựa alkyl hóa tan trong nước hoặc sáp.

Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa một hoặc nhiều chất phụ gia. Chất phụ gia thích hợp là đã biết đối với người có kỹ năng và bao gồm chất hoạt động bề mặt,

dầu cô đặc dùng trong trồng trọt, các chất loang-chất dính, chất làm ẩm, và chất thấm.

Theo các nhóm phương án khác, chế phẩm vi hạt là ở dạng chế phẩm rắn. Chế phẩm rắn này chứa các vi hạt saflufenacil rắn, tùy ý một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt, đặc biệt là chất hoạt động bề mặt polyme A và tùy ý chất hoạt động bề mặt anion B, và tùy ý chất mang trơ rắn. Ví dụ, chế phẩm rắn có thể là bột có thể tái phân tán được, hạt phân tán trong nước, bột có thể thấm ướt và tương tự.

Chất mang rắn bao gồm ví dụ, đất khoáng, như silic dioxit, silicagel, silicat, bột talc, kaolin, đá vôi, vôi, đá phấn, đất chứa sắt oxit, đất lọt, đất sét, dolomit, đất diatomit, canxi sulfat, magie sulfat, magie oxit, nguyên liệu tổng hợp nghiền, các sản phẩm phân bón như amoni sulfat, amoni phosphat, amoni nitrat, ure, và các sản phẩm nguồn gốc thực vật, như bột ngũ cốc, bột vỏ cây, bột gỗ và bột vỏ quả hạch, bột xenluloza, hoặc các chất mang rắn khác.

Chế phẩm rắn theo sáng chế cũng có thể bao gồm các chất phụ gia phối chế thông thường, như tác nhân chống tạo bọt, chất bảo quản, dung dịch đệm, thể phân tán vô cơ, v.v., các chất này thông thường được sử dụng ở dạng phối chế rắn của các thuốc diệt cỏ. Các chất phụ gia này có thể được kết hợp vào trong chế phẩm rắn ở giai đoạn thông thường bất kỳ của quy trình điều chế chúng. Lượng chất bổ trợ thường không vượt quá 10% theo khối lượng, tốt hơn là 5% theo khối lượng của tổng lượng của chế phẩm rắn.

Chế phẩm rắn có thể thu được từ huyền phù nước mà nó chủ yếu được tạo ra trong quy trình điều chế chế phẩm vi hạt như được mô tả ở đây bằng cách loại bỏ pha nước ra khỏi huyền phù nước. Việc loại bỏ pha nước có thể đạt được bằng cách tách pha nước ra khỏi các vi hạt rắn, ví dụ, bằng cách ly tâm hoặc lọc. Tốt hơn, pha nước được loại bỏ bằng quy trình làm bay hơi, như sấy khô phun hoặc sấy khô lạnh.

Như phác thảo ở trên, quy trình để tạo ra chế phẩm bao gồm bước thứ nhất, trong đó huyền phù nước chứa các hạt saflufenacil được cung cấp. Trong bước này, saflufenacil rắn được tạo huyền phù trong dung môi nước, cụ thể là trong nước. Dung môi nước có thể chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt, cụ thể ít nhất một chất hoạt động bề mặt polyme A, nó được giả định tác động như chất keo bảo vệ, và tùy ý một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt anion B.

Tốt hơn, cỡ hạt của các hạt saflufenacil trong huyền phù nước trước khi tạo nang là dưới 45 μm , tốt hơn không vượt quá 40 μm , tốt hơn không vượt quá 30 μm và tốt hơn không vượt quá 25 μm . Cỡ hạt xác định được gọi là giá trị d_{90} . Tốt hơn các hạt hoạt

chất có đường kính hạt trung bình, ở đây còn được gọi là giá trị d_{50} , nằm trong khoảng từ 0,5 đến 25 μm , tốt hơn từ 1 đến 20 μm , tốt nhất từ 1,5 đến 15 μm . Giá trị d_{50} được xác định là giá trị mà nó cao hơn các đường kính của 50% theo khối lượng của các hạt và thấp hơn các đường kính của 50% theo khối lượng của các hạt. Giá trị d_{10} tốt hơn ít nhất là 0,5 μm và ví dụ, có thể nằm trong khoảng từ 0,5 μm 10 μm , tốt hơn từ 1 đến 5 μm . Giá trị d_{90} cũng như giá trị d_{50} có thể được tính toán từ sự phân bố cỡ hạt của các hạt saflufenacil mà có thể được xác định bằng các phương pháp thông thường như phương pháp tán xạ ánh sáng động hoặc tán xạ ánh sáng tĩnh ở nhiệt độ 25°C và nồng độ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1% theo khối lượng.

Đã được phát hiện có lợi nếu như phản ứng đa trùng ngưng được khởi đầu hoặc thực hiện với sự có mặt của ít nhất một chất hoạt động bề mặt polyme anion A, tốt hơn là chất hoạt động bề mặt polyme anion A mà bao gồm hoặc được lựa chọn từ các chất hoạt động bề mặt polyme của nhóm A.3. Nếu có mặt, nồng độ của chất hoạt động bề mặt anion polyme A, chất này tốt hơn được lựa chọn từ chất hoạt động bề mặt của nhóm A.3, trong huyền phù nước của bước i) thường sẽ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% theo khối lượng, tốt hơn từ 1 đến 6% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù nước.

Đã được phát hiện có lợi nếu như huyền phù nước của bước i) cũng chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt anion B, tốt hơn là chất hoạt động bề mặt anion mà bao gồm hoặc được lựa chọn từ các chất hoạt động bề mặt có công thức (I). Nếu có mặt, nồng độ của chất hoạt động bề mặt anion B trong huyền phù nước của bước i) thường sẽ nằm trong khoảng từ 0,01 đến 2% theo khối lượng, tốt hơn từ 0,1 đến 1% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của huyền phù nước.

Huyền phù nước chứa các hạt saflufenacil có thể được tạo ra bằng phương pháp tương tự như các phương pháp điều chế huyền phù nước chứa saflufenacil đã biết, ví dụ, như phương pháp được mô tả trong WO 2011/023759.

Theo một phương án, bước i) bao gồm bước i.a) và bước i.b). Trong bước i.a), saflufenacil rắn, tốt hơn là dạng tinh thể của saflufenacil, như saflufenacil anhydrat hoặc một trong số các dạng hydrat, và dung môi nước và tùy ý ít nhất một phần chất hoạt động bề mặt được trộn kết hợp trong thiết bị trộn thông thường bất kỳ mà có khả năng cung cấp lực cắt đủ để tạo ra huyền phù mong muốn. Thiết bị trộn thích hợp bao gồm nhất là các thiết bị nghiền xe tốc độ cao, như thiết bị Ultra-Turrax, thiết bị trộn

tĩnh, ví dụ, các hệ có voi trộn, thiết bị khuấy nghiền hạt, thiết bị nghiền keo, thiết bị nghiền hình nón và các thiết bị đồng hóa khác. Nói chung, trình tự trong đó các thành phần riêng biệt được kết hợp là không mang tính quyết định. Có thể thuận lợi khi thực hiện bước i.a) bằng cách trước tiên, trộn dung môi nước và ít nhất một phần chất hoạt động bề mặt, ví dụ, chất hoạt động bề mặt nhóm A và tùy ý chất hoạt động bề mặt B, cho tới khi thu được hỗn hợp đồng hóa, và sau đó, bổ sung saflufenacil rắn bằng dao cắt vào hỗn hợp đồng hóa nêu trên. Hỗn hợp thu được từ bước i.a), tức là huyền phù thô chứa saflufenacil trong dung môi nước, sau đó được đưa sang bước i.b) tới phương tiện thích hợp để làm giảm cỡ hạt của các hạt saflufenacil có mặt trong hỗn hợp điển hình nhỏ hơn 40 μm , tốt hơn nhỏ hơn 30 μm và đặc biệt là nhỏ hơn 20 μm (giá trị d_{90}), ví dụ, tới cỡ hạt (d_{90}) nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15 μm . Bước i.b) có thể được thực hiện bằng phương pháp mài mòn vật lý bất kỳ, như các quy trình nghiền, đập vụn hoặc cán, đặc biệt là bằng các quy trình nghiền ướt hoặc cán ướt, bao gồm ví dụ, cán hạt, cán búa, cán phun, cán phân loại không khí, cán chót, nghiền lạnh và tương tự. Các bước i.a) và i.b) thông thường được thực hiện sau đó. Tuy nhiên, cũng có thể thực hiện các bước này cùng nhau.

Theo phương án khác của sáng chế, bước i) bao gồm việc cung cấp saflufenacil ở dạng bột, trong đó giá trị d_{90} của các hạt bột nhỏ hơn 40 μm và cụ thể cao nhất là 30 μm hoặc cao nhất là 20 μm , ví dụ, cỡ hạt (d_{90}) nằm trong khoảng từ 1 đến < 40 μm , tốt hơn từ 1 đến 30 μm hoặc từ 1 đến 20 μm . Bột thông thường được điều chế bằng cách tán nhỏ saflufenacil rắn, ví dụ, anhydrat hoặc hydrat kết tinh, bằng kỹ thuật cán sấy khô thông thường, như cán không khí, thành bột có cỡ hạt mong muốn. Bột thu được theo cách như vậy sau đó được tạo huyền phù trong dung môi nước hoặc trong dung dịch nước chứa chất hoạt động bề mặt của nhóm A và tùy ý, chất hoạt động bề mặt B.

Có thể thuận lợi khi bổ sung chất hoạt động bề mặt polyme A vào huyền phù chứa saflufenacil được cung cấp trong bước i) trước khi bắt đầu hoặc khởi đầu hoặc thực hiện phản ứng đa trùng ngưng, tốt hơn trước khi bổ sung thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin vào đó. Cụ thể, có thể thuận lợi khi giữ huyền phù nước của saflufenacil, huyền phù này chứa chất hoạt động bề mặt polyme A, trong một thời gian, ví dụ, từ 10 đến 180 phút, trước khi bắt đầu phản ứng đa trùng ngưng. Có thể thuận lợi khi bổ sung chất hoạt động bề mặt polyme A vào huyền phù sau khi đã thực hiện bước i).

Trong bước ii), thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin được bổ sung vào huyền phù nước

của bước i), khi rắn hóa trong bước iii), bước này tạo ra polyme chất dẻo amin rắn không hòa tan trong nước, chất này bọc hoặc bao xung quanh các hạt saflufenacil rắn, vì phản ứng đa trùng ngưng tốt hơn xảy ra trên bề mặt của các hạt saflufenacil rắn. Lượng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin bổ sung trong bước ii) được chọn sao cho đạt được lượng mong muốn của polyme chất dẻo amin trong chế phẩm vi hạt cuối cùng. Thực tiễn, lượng bổ sung tương ứng với lượng nhựa chất dẻo amin trong các vi hạt, có tính đến khối lượng được giảm bởi lượng nước được tạo ra trong phản ứng đa trùng ngưng, và thông thường nằm trong khoảng từ 0,5 đến 40% theo khối lượng, tốt hơn từ 1 đến 35% theo khối lượng và tốt nhất từ 5 đến 25% theo khối lượng, dựa vào saflufenacil và được tính là chất hữu cơ.

Các thể tiền ngưng tụ thích hợp mà có thể được bổ sung trong bước ii) bao gồm các thể tiền ngưng tụ của melamin và formaldehyt, bao gồm các thể tiền ngưng tụ melamin-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, các thể tiền ngưng tụ ure-formaldehyt, các thể tiền ngưng tụ thioure-formaldehyt, các thể tiền ngưng tụ của melamin, ure và formaldehyt (nhựa MUF), bao gồm hỗn hợp của các thể tiền ngưng tụ melamin-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần và các thể tiền ngưng tụ ure-formaldehyt, các thể tiền ngưng tụ của ure và glutaraldehyt, các thể tiền ngưng tụ của benzoguanamin và formaldehyt, hỗn hợp của dixyandiamit và formaldehyt và các chất đa trùng ngưng ure-glyoxal. Thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin thích hợp để tạo vi nang là đã biết và có thể được tìm thấy, không kể các tài liệu khác, trong tài liệu Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd edition, Vol. 2, pp. 440-469, tình trạng kỹ thuật viện dẫn ở phần mở đầu, tài liệu US 4,918,317, EP 26914, EP 218887, EP 319337, EP 383,337, EP 415273, DE 19833347, DE 19835114 và WO 01/51197. Các thể tiền ngưng tụ thích hợp có sẵn trên thị trường, ví dụ các loại Cymel, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, Cymel® 303, 327, 328 hoặc 385 (nhựa melamin formaldehyt được ete hóa của Cytec), các loại Maprenal®, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, Maprenal® MF 900w/95, MF 915/75IB, MF 920/75WA, MF 921w/85WA, (nhựa melamin formaldehyt được ete hoá của Ineos), các loại Kauramin® của nhà cung cấp BASF SE, như, nhưng không chỉ giới hạn ở, Kauramin® 783, Kauramin® 792 hoặc Kauramin® 753 (nhựa melamin formaldehyt), Kauramin® 620 hoặc Kauramin® 621 (nhựa melamin ure formaldehyt), các loại Kaurit® của nhà cung cấp BASF SE, như nhưng không chỉ giới hạn ở, Kaurit® 210, 216, 217 hoặc 220 (nhựa ure formaldehyt),

các loại Luracoll® như Luracoll® SD (nhựa melamin formaldehyt được ete hóa), các loại Luwipal® như nhưng không chỉ giới hạn ở, Luwipal® 063, Luwipal® 069 (nhựa melamin formaldehyt được ete hóa), hoặc các loại Plastopal® như nhưng không chỉ giới hạn ở, Plastopal® BTM, Plastopal® BTW (nhựa ure formaldehyt được ete hóa).

Trong các thể tiền ngưng tụ ure-formaldehyt hoặc thioure-formaldehyt thích hợp, tỷ lệ mol của ure hoặc thioure trên formaldehyt thông thường nằm trong khoảng từ 1:0,8 đến 1:4, tốt hơn từ 1:1,5 đến 1:4, tốt nhất từ 1:2 đến 1:3,5.

Trong các thể tiền ngưng tụ melamin-formaldehyt hoặc melamin-(thio)ure-formaldehyt, tỷ lệ mol của melamin trên formaldehyt thông thường nằm trong khoảng từ 1:1,5 đến 1:10, tốt hơn từ 1:3 đến 1:8, tốt nhất từ 1:4 đến 1:6.

Trong các thể tiền ngưng tụ melamin-formaldehyt hoặc melamin-(thio)ure-formaldehyt thích hợp, tỷ lệ mol của melamin + ure hoặc thioure trên formaldehyt thông thường nằm trong khoảng từ 1:0,8 đến 1:9, tốt hơn từ 1:2 đến 1:8, tốt nhất từ 1:3 đến 1:6. Tỷ lệ mol của ure hoặc thioure trên melamin thông thường nằm trong khoảng từ 5:1 đến 1:50 và tốt hơn từ 30:1 đến 1:30.

Các thể tiền ngưng tụ có thể được sử dụng ở dạng thể tiền ngưng tụ được ete hóa của hợp chất amin và aldehyt. Trong các thể tiền ngưng tụ được ete hóa các nhóm metylol hình thành bởi phản ứng của các nhóm amin với formaldehyt với alkanol hoặc alkandiol, đặc biệt là với C₁-C₄-alkanol, như metanol, etanol, n-propanol hoặc n-butanol, cụ thể là metanol, hoặc C₂-C₄-alkandiol, như etylen glycol. Mức độ ete hóa của các nhựa này có thể được điều chỉnh bằng tỷ lệ mol của các nhóm amin trên alkanol, tỷ lệ này điển hình nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, tốt hơn nằm trong khoảng từ 2:1 đến 1:5.

Các thể tiền ngưng tụ tốt nhất được lựa chọn từ nhóm gồm nhựa melamin-formaldehyt, bao gồm các thể tiền ngưng tụ melamin-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, và các thể tiền ngưng tụ ure-formaldehyt và hỗn hợp của chúng. Tốt nhất, thể tiền ngưng tụ là thể ngưng tụ melamin-formaldehyt được ete hóa hoàn toàn hoặc một phần, thể này có thể chứa lượng nhỏ ure, ví dụ, từ 1 đến 20% mol, dựa vào melamin.

Việc bổ sung thể tiền ngưng tụ vào huyền phù nước thông thường đạt được bằng cách bổ sung thể tiền ngưng tụ ở dạng dung dịch nước hoặc rượu của thể tiền ngưng tụ vào huyền phù nước hoặc bằng cách trộn các lượng thích hợp của thể tiền ngưng tụ

được hòa tan. Tốt hơn, các thiết bị trộn thích hợp, như thiết bị khuấy hoặc thiết bị trộn trực tiếp được sử dụng để đạt được sự phân bố đồng nhất của thể tiền ngưng tụ trong huyền phù nước. Có thể thuận lợi khi bổ sung thể tiền ngưng tụ, tốt hơn ở dạng dung dịch, vào huyền phù nước chứa saflufenacil cùng với khuấy. Tốt hơn, việc bổ sung thể tiền ngưng tụ được thực hiện trong các điều kiện, trong đó phản ứng đa trùng ngưng xảy ra chậm hoặc không xảy ra, ví dụ, trong đó độ pH của huyền phù nước ít nhất là pH 6, ví dụ, nằm trong khoảng từ pH 6 đến pH 10, hoặc trong đó nhiệt độ không vượt quá 30°C hoặc cả hai.

Phản ứng đa trùng ngưng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin có thể được thực hiện hoặc khởi đầu theo cách đã biết, ví dụ, bằng cách gia nhiệt huyền phù nước tới nhiệt độ phản ứng xác định, ở độ pH, trong đó phản ứng đa trùng ngưng ở nhiệt độ phản ứng xuất hiện. Trong quá trình phản ứng đa trùng ngưng, thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin được chuyển đổi thành nhựa chất dẻo amin không hòa tan trong nước, nhựa này kết tủa từ pha nước và tốt hơn lắng tủa trên bề mặt của các hạt saflufenacil rắn, bằng cách đó bọc hoặc bao xung quanh các hạt saflufenacil rắn. Bằng cách đó, có thể đạt được sự tạo nang hiệu quả thậm chí với các lượng nhỏ của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin.

Tốt hơn, phản ứng đa trùng ngưng của chất dẻo amin được thực hiện ở độ pH thấp hơn pH 6, tốt hơn ở độ pH cao nhất là pH 5, ví dụ, nằm trong khoảng pH từ 0 đến 6, tốt hơn nằm trong khoảng pH từ 1 đến 5 hoặc nằm trong khoảng pH từ 2 đến 4.

Độ pH của huyền phù nước thông thường được điều chỉnh bằng cách bổ sung lượng thích hợp của axit hữu cơ hoặc vô cơ, như axit sulfuric, axit clohydric, axit phosphoric, axit carboxylic bao gồm các axit alkanoic, axit alkandioic hoặc axit hydroxycarboxylic, như axit formic, axit axetic, axit propionic, axit oxalic, axit malic hoặc axit xitric, và alkyl hoặc axit arylsulfonic, như axit metansulfonic hoặc axit toluensulfonic. Được ưu tiên nếu ít nhất một phần, tốt hơn là phần lớn axit có mặt trong huyền phù nước, trước khi huyền phù nước được gia nhiệt tới nhiệt độ phản ứng.

Tốt hơn, phản ứng đa trùng ngưng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin được thực hiện ở nhiệt độ cao, tốt hơn ở nhiệt độ ít nhất 30°C, tốt hơn ít nhất 40°C hoặc ít nhất 50°C, ví dụ, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C, tốt hơn nằm trong khoảng từ 40 đến 95°C hoặc nằm trong khoảng từ 50 đến 90°C. Cũng có thể tiến hành khởi đầu phản ứng đa trùng ngưng của chất dẻo amin ở nhiệt độ thấp tương đối, ví dụ, nhiệt độ

nằm trong khoảng từ 30 đến 65°C hoặc từ 35 đến 60°C và sau đó, hoàn thành phản ứng đa trùng ngưng ở nhiệt độ cao hơn, ví dụ nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C hoặc từ 60 đến 90°C. Thời gian để hoàn thành phản ứng đa trùng ngưng có thể thay đổi, tùy thuộc vào khả năng phản ứng của thể tiền ngưng tụ, nhiệt độ và độ pH của huyền phù nước và thời gian có thể từ 1 giờ đến 24 giờ, tốt hơn từ 2 đến 12 giờ. Tốt hơn, phản ứng đa trùng ngưng được thực hiện ít nhất một phần ở nhiệt độ ít nhất là 50°C, tốt hơn ít nhất 60°C, ví dụ, trong thời gian từ 1 đến 8 giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C, tốt hơn từ 60 đến 90°C.

Huyền phù nước chứa các vi hạt saflufenacil thu được theo cách như vậy có thể được trung hòa bằng cách bổ sung bazơ. Tốt hơn, độ pH của huyền phù được điều chỉnh tới độ pH ít nhất bằng 6, ví dụ, độ pH nằm trong khoảng pH từ 6 đến 10, tốt hơn nằm trong khoảng pH từ 6,5 đến 9,0.

Từ huyền phù nước thu được theo cách như vậy, các vi hạt có thể được tách, ví dụ, bằng cách lọc hoặc ly tâm, hoặc huyền phù nước có thể được sấy phun, nghiền hạt hoặc sấy khô lạnh, để thu được chế phẩm rắn ở dạng bột hoặc hạt. Chế phẩm rắn có thể được tái phân tán hoặc được phối chế bằng cách sử dụng các chất phụ gia phối chế như được mô tả ở trên.

Huyền phù nước cũng có thể được sử dụng hoặc được phối chế làm chế phẩm lỏng, ví dụ, làm huyền phù, bằng cách sử dụng các chất phụ gia phối chế thích hợp như được mô tả ở trên, ví dụ, như các chất làm đặc, các chất hoạt động bề mặt anion B, chất hoạt động bề mặt không ion và/hoặc dioxit.

Sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng chế phẩm vi hạt theo sáng chế trong bảo vệ cây trồng và đến phương pháp phòng trừ thực vật không mong muốn, phương pháp bao gồm bước áp dụng chế phẩm, ở dạng pha loãng hoặc không pha loãng, lên thực vật, môi trường sống và/hoặc hạt của chúng.

Chế phẩm theo sáng chế cung cấp việc phòng trừ rất tốt đối với thực vật ở những khu vực không có cây trồng, nhất là với tỷ lệ áp dụng cao. Tuy nhiên, nói chung các tỷ lệ áp dụng cao hơn là không cần thiết khi so sánh với các chế phẩm thông thường chứa saflufenacil không tạo nang để đạt được việc phòng trừ tương tự.

Trong các cây trồng như đậu tương, bông, cải dầu, lanh, đậu lăng, lúa, củ cải đường, hướng dương, thuốc lá và ngũ cốc, ví dụ như ngô hoặc lúa mì, chế phẩm theo sáng chế có hoạt tính chống lại cỏ lá rộng và cỏ dại và tạo ra ít sự tổn hại đối với cây

trồng so với chế phẩm thông thường chứa saflufenacil không tạo nang. Tác dụng này đặc biệt được quan sát ở tỷ lệ áp dụng thấp.

Ngoài ra, chế phẩm theo sáng chế cung cấp hoạt tính tồn dư kéo dài lâu, hoạt tính này cao hơn hoạt tính tồn dư của chế phẩm thông thường chứa saflufenacil không tạo nang.

Tùy thuộc vào phương pháp áp dụng đang đề cập, chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng bổ sung ở nhiều cây trồng khác để loại bỏ thực vật không mong muốn. Ví dụ, các cây trồng thích hợp là các loại sau:

Allium cepa, *Ananas comosus*, *Arachis hypogaea*, *Asparagus officinalis*, *Beta vulgaris* spec. *altissima*, *Beta vulgaris* spec. *rapa*, *Brassica napus* var. *napus*, *Brassica napus* var. *napobrassica*, *Brassica rapa* var. *silvestris*, *Camellia sinensis*, *Carthamus tinctorius*, *Carya illinoensis*, *Citrus limon*, *Citrus sinensis*, *Coffea arabica* (*Coffea canephora*, *Coffea liberica*), *Cucumis sativus*, *Cynodon dactylon*, *Daucus carota*, *Elaeis guineensis*, *Fragaria vesca*, *Glycine max*, *Gossypium hirsutum*, (*Gossypium arboreum*, *Gossypium herbaceum*, *Gossypium vitifolium*), *Helianthus annuus*, *Hevea brasiliensis*, *Hordeum vulgare*, *Humulus lupulus*, *Ipomoea batatas*, *Juglans regia*, *Lens culinaris*, *Linum usitatissimum*, *Lycopersicon lycopersicum*, *Malus spec.*, *Manihot esculenta*, *Medicago sativa*, *Musa spec.*, *Nicotiana tabacum* (*N.rustica*), *Olea europaea*, *Oryza sativa*, *Phaseolus lunatus*, *Phaseolus vulgaris*, *Picea abies*, *Pinus spec.*, *Pisum sativum*, *Prunus armeniaca*, *Prunus avium*, *Prunus cerasus*, *Prunus dulcis*, *Prunus domestica*, *Prunus persica*, *Pyrus communis*, *Ribes sylvestre*, *Ricinus communis*, *Saccharum officinarum*, *Secale cereale*, *Solanum tuberosum*, *Sorghum bicolor* (s. *vulgare*), *Theobroma cacao*, *Trifolium pratense*, *Triticum aestivum*, *Triticum durum*, *Vicia faba*, *Vitis vinifera* và *Zea mays*.

Ngoài ra, chế phẩm theo sáng chế cũng có thể được sử dụng ở cây trồng mà chúng chịu được tác dụng của các thuốc diệt cỏ là kết quả của nhân giống, bao gồm cả các phương pháp kỹ thuật di truyền.

Ngoài ra, chế phẩm theo sáng chế cũng có thể được sử dụng ở cây trồng mà chúng chịu được sự tấn công bởi côn trùng hoặc nấm là kết quả của sự chọn giống, bao gồm cả phương pháp kỹ thuật di truyền.

Ngoài ra, đã phát hiện ra rằng, chế phẩm theo sáng chế cũng thích hợp để làm rụng lá và làm mất nước các bộ phận của thực vật, đối với các thực vật thích hợp như

bông, khoai tây, cải dầu, hướng dương, đậu tương hoặc đậu răng ngựa, nhất là bông.

Để làm chất hút ẩm, chế phẩm theo sáng chế đặc biệt thích hợp để làm khô các bộ phận khí sinh của cây trồng như khoai tây, cải dầu, hướng dương và đậu tương. Việc này khiến cho có thể thu hoạch cơ giới hóa đầy đủ các cây trồng quan trọng này. Cũng được quan tâm về mặt kinh tế là tạo thuận lợi cho sự thu hoạch, việc này có thể được bằng việc tập trung trong giai đoạn thời gian xác định sự nứt quả, hoặc giảm sự bám dính vào cây, ở các loại quả cam chanh, ôliu hoặc các loài và giống khác của quả dạng táo, quả dạng hạch và quả hạch. Cơ chế tương tự, tức là thúc đẩy sự phát triển mô cắt giữa phần quả hoặc phần lá và phần chồi của thực vật cũng cần thiết đối với sự rụng lá có phòng trừ của các thực vật hữu ích, nhất là bông. Ngoài ra, sự rút ngắn khoảng giãn cách thời gian trong đó các thực vật bông riêng biệt chín dẫn đến chất lượng sợi tăng lên sau khi thu hoạch.

Ngoài ra, đã phát hiện ra rằng, chế phẩm theo sáng chế cũng thích hợp để phòng trừ cây lá kim, nhất là cây giống non lá kim mà chúng sinh trưởng tự nhiên, và nhất là để phòng trừ cây thông non sinh trưởng tự nhiên.

Nói chung, chế phẩm theo sáng chế như được mô tả ở đây hữu dụng để diệt trừ thực vật không mong muốn. Đối với mục đích này, chế phẩm có thể được áp dụng ở dạng như vậy hoặc tốt hơn được áp dụng sau khi pha loãng với nước. Tốt hơn, đối với các mục đích khác của việc áp dụng ở phía người dùng cuối cùng, dung dịch phun dạng nước được điều chế bằng cách pha loãng chế phẩm theo sáng chế với nước, ví dụ, nước vôi. Dung dịch phun cũng có thể bao gồm các thành phần cấu thành khác ở dạng hòa tan, được nhũ tương hóa hoặc được tạo huyền phù, ví dụ phân bón, hoạt chất thuộc các nhóm hoạt chất diệt cỏ hoặc điều hòa sinh trưởng khác, các hoạt chất khác, ví dụ các hoạt chất để phòng trừ động vật gây hại hoặc nấm hoặc vi khuẩn gây bệnh ở thực vật, ngoài ra các muối khoáng mà chúng được sử dụng để làm giảm sự thiếu hụt dinh dưỡng và nguyên tố vi lượng, và dầu hoặc dầu cô đặc không gây độc cho thực vật. Về nguyên tắc, các thành phần cấu thành này được bổ sung vào hỗn hợp phun trước, trong hoặc sau khi pha loãng chế phẩm theo sáng chế.

Chế phẩm theo sáng chế có thể được áp dụng bằng phương pháp trước khi nhú hoặc sau khi nhú. Nếu saflufenacil ít được dụng nạp bởi cây trồng nào đó, các kỹ thuật áp dụng có thể được sử dụng, trong đó chế phẩm diệt cỏ được phun, với sự trợ giúp của thiết bị phun, theo cách sao cho lá của cây trồng nhạy cảm một cách lý tưởng không

tiếp xúc với chúng, trong khi hoạt chất tới được lá của thực vật không mong muốn mà chúng sinh trưởng ở bên dưới hoặc bề mặt đất trần (góc khuất ở phía dưới).

Tùy thuộc vào mục đích của các biện pháp phòng trừ, mùa, thực vật đích và giai đoạn sinh trưởng, chế phẩm theo sáng chế được áp dụng ở mức độ mà tỷ lệ áp dụng của saflufenacil nằm trong khoảng từ 0,001 đến 3,0, tốt hơn từ 0,01 đến 1,0 kg/ha hoạt chất (a.s.).

Để mở rộng phổ hoạt động và để thu được các tác dụng hợp lực, chế phẩm theo sáng chế có thể được trộn với nhiều chất đại diện của các nhóm khác của các hoạt chất diệt cỏ hoặc điều hòa sinh trưởng và được áp dụng cùng với chúng.

Ví dụ về các hoạt chất kết hợp thích hợp là các 1,2,4-thiadiazol, 1,3,4-thiadiazol, amit, axit aminophosphoric và các dẫn xuất của nó, các aminotriazol, anilit, axit aryloxy/heteroaryloxyalkanoic và các dẫn xuất của chúng, axit benzoic và các dẫn xuất của nó, benzothiadiazinon, 2-(heteroaryl/aryl)-1,3-cyclohexandion, heteroaryl aryl keton, benzylisoxazolidinon, các dẫn xuất meta-CF₃-phenyl, carbamat, axit quinolincarboxylic và các dẫn xuất của nó, cloaxetanilit, các dẫn xuất cyclohexenon oxim ete, diazin, axit diclopropionic và các dẫn xuất của nó, dihydrobenzofuran, dihydrofuran-3-on, dinitroanilin, dinitrophenol, diphenyl ete, dipyridyl, axit halocarboxylic và các dẫn xuất của chúng, ure, 3-phenyluracil, imidazol, imidazolinon, N-phenyl-3,4,5,6-tetrahydrophthalimit, oxadiazol, oxiran, phenol, este của axit aryloxy- và heteroaryloxyphenoxypionic, axit phenylaxetic và các dẫn xuất của nó, axit 2-phenylpropionic và các dẫn xuất của nó, pyrazol, phenylpyrazol, pyridazin, axit pyridincarboxylic và các dẫn xuất của nó, pyrimidyl ete, sulfonamid, sulfonylure, triazin, triazinon, triazolinon, triazolcarboxamid và uracil.

Cũng có thể sử dụng chế phẩm theo sáng chế ở dạng trộn trong bình cùng với các chế phẩm khác. Như vậy, chế phẩm theo sáng chế có thể được trộn và được áp dụng cùng với nhiều chế phẩm hợp chất diệt trừ sinh vật gây hại khác, ví dụ các chế phẩm bao gồm các thành phần hoạt tính hoặc chất phụ gia, như atrazin, glyphosat, glufosinat, S-metolachlor, 2,4-D este, isoxaflutol, diflufenzopyr, dicamba, mesotrione, dimethenamid-P, pendimethalin, imazethapyr, dầu parafin, este polyol của axit béo, este polyol polyetoxyl hóa của axit béo, alkyl aryl phosphat etoxyl hóa, các dầu hạt methyl hóa, nhũ tương, amoni sulfat hoặc hỗn hợp của chúng.

Ngoài ra, có thể hữu ích khi áp dụng chế phẩm chứa saflufenacil theo sáng chế,

riêng biệt hoặc kết hợp với các thuốc diệt cỏ khác, cùng nhau ở dạng hỗn hợp với các tác nhân bảo vệ thực vật khác nữa, ví dụ với các tác nhân để phòng trừ sinh vật gây hại hoặc nấm hoặc vi khuẩn gây bệnh ở thực vật. Cũng được quan tâm là khả năng trộn lẫn với các dung dịch muối khoáng mà các dung dịch này được sử dụng để làm giảm sự thiếu hụt dinh dưỡng và nguyên tố vi lượng. Các dầu và dầu cô đặc không gây độc cho thực vật cũng có thể được bổ sung.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phần ví dụ sau được dự định để minh họa thêm cho sáng chế mà không giới hạn phạm vi của sáng chế theo bất kỳ cách nào.

I. Phân tích:

Sự phân bố cỡ hạt (PSD) được xác định bằng phương pháp tán xạ laser thông kê sử dụng Malvern Mastersizer 200 theo chuẩn châu Âu ISO 13320 EN. Dữ liệu được xử lý theo Mie-Theory bằng phần mềm sử dụng “phương thức phổ dụng” được cung cấp bởi Malvern Instruments. Các thông số quan trọng là các giá trị d_n đối với $n = 10, 50$ và 90 , d_{10} , d_{50} và d_{90} .

Hàm lượng rắn của thể phân tán cuối cùng được xác định bằng cách cho bay hơi các thành phần dễ bay hơi của lượng huyền phù nước thăm dò nhỏ trong lò sấy ở nhiệt độ 105°C trong thời gian 2 giờ. Giá trị chỉ ra trong các ví dụ là giá trị trung bình từ ba thực nghiệm song song.

II. Thành phần:

Chất hoạt động bề mặt 1: Dung dịch nước 20% chứa axit poly(2-acrylamido-2-methylpropan sulfonic) muối natri với độ pH 2,5-4;

Chất hoạt động bề mặt 2: Dung dịch nước 15% chứa natri dodexyl sulfat

Chất hoạt động bề mặt 3: Muối natri của thể ngưng tụ formaldehyt axit naphthalensulfonic

Thể tiền ngưng tụ P1: Dung dịch nước 70% khối lượng/khối lượng chứa thể tiền ngưng tụ melamin formaldehyt được ete hóa (Luracoll® SD of BASF SE);

Chất làm đặc: Viscalex HV 30® (dung dịch nước 30% chứa polyme acrylic; BASF SE)

Saflufenacil: Anyhđrat, độ tinh khiết 98,8%

III. Điều chế chế phẩm theo sáng chế:

Ví dụ 1

95,56g nước, 2,97g chất hoạt động bề mặt 2, 40,05g Saflufenacil, các chất này đã được nghiền khí nén trước đó tới cỡ hạt (d_{90}) khoảng $3\mu\text{m}$, 9,09g thể tiền ngưng tụ P1 và 4,01g axit formic nước 10% khối lượng/khối lượng, được nạp vào bình phản ứng thể tích 250ml, có trang bị bộ phận khuấy có bản khuấy neo. Bình phản ứng được gia nhiệt tới nhiệt độ 30°C và hỗn hợp được khuấy trong thời gian 40 phút ở nhiệt độ 30°C với tốc độ 700 vòng/phút. Sau đó, chất hoạt động bề mặt 1 được bổ sung và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 30°C trong thời gian 90 phút nữa với tốc độ 350 vòng/phút. Sau đó, bình phản ứng được gia nhiệt từ từ trong thời gian 1 giờ tới nhiệt độ 80°C và nhiệt độ được duy trì ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Sau đó, bình phản ứng được làm mát xuống nhiệt độ 22°C và độ pH của huyền phù tạo ra được điều chỉnh tới độ pH 7 bằng cách bổ sung trietanol amin. Sau đó, 5,2g chất làm đặc nước được bổ sung cùng với khuấy.

Huyền phù nước tạo ra có hàm lượng rắn là 28,9%. Sự phân bố cỡ hạt được đưa ra trong bảng 1.

Ví dụ 2

307,5g nước, 18,7g chất hoạt động bề mặt 2, 112,0g Saflufenacil, các chất này đã được nghiền khí nén trước tới cỡ hạt (d_{90}) khoảng $3\mu\text{m}$, 572g thể tiền ngưng tụ P1 và 56,0g chất hoạt động bề mặt 1 trong đó được nạp vào trong bình phản ứng thể tích 2L, có trang bị bộ phận khuấy có bản khuấy neo. Bình phản ứng được gia nhiệt tới nhiệt độ 30°C và hỗn hợp được khuấy trong thời gian 40 phút ở nhiệt độ 30°C với tốc độ 300 vòng/phút. Sau đó, 6,3g axit formic nước 10% khối lượng/khối lượng được bổ sung và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 30°C trong thời gian 60 phút nữa với tốc độ 250 vòng/phút. Sau đó, bình phản ứng được gia nhiệt từ từ trong vòng 1 giờ tới nhiệt độ 80°C và nhiệt độ được duy trì ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Sau đó, bình phản ứng được làm mát xuống nhiệt độ 22°C .

Huyền phù nước tạo ra có hàm lượng rắn là 25,9%. Sự phân bố cỡ hạt được đưa ra trong bảng 1.

Ví dụ 3

105,63 g nước, 2,97g chất hoạt động bề mặt 2, 40,05g Saflufenacil, các chất này đã được nghiền khí nén trước đó tới cỡ hạt (d_{90}) khoảng $3\mu\text{m}$, 9,09g thể tiền ngưng tụ P1 và 4,01g axit formic nước 10% khối lượng/khối lượng, được nạp vào bình phản ứng

thể tích 250ml, có trang bị bộ phận khuấy có bản khuấy neo. Bình phản ứng được gia nhiệt tới nhiệt độ 30°C và hỗn hợp được khuấy trong thời gian 40 phút ở nhiệt độ 30°C với tốc độ 700 vòng/phút. Sau đó, chất hoạt động bề mặt 3 được bổ sung và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 30°C trong thời gian 90 phút nữa với tốc độ 350 vòng/phút. Sau đó, bình phản ứng được gia nhiệt từ từ trong vòng 1 giờ tới nhiệt độ 80°C và nhiệt độ được duy trì ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Sau đó, bình phản ứng được làm mát xuống nhiệt độ 22°C và trong khi làm lạnh, dung dịch chứa 3,45g natri bisulfit trong 9,55g nước được bổ sung vào đó. Sau đó, độ pH của huyền phù tạo ra được điều chỉnh tới độ pH 7 bằng cách bổ sung trietanol amin. Sau đó, 5,2g chất làm đặc nước được bổ sung cùng với khuấy.

Huyền phù nước tạo ra có hàm lượng rắn là 29,9%. Sự phân bố cỡ hạt được đưa ra trong bảng 1.

Bảng 1

	Sự phân bố cỡ hạt (μm)		
	d_{10}	d_{50}	d_{90}
Ví dụ 1	2,335	3,485	6,119
Ví dụ 2	3,525	7,183	38,318
Ví dụ 3	2,067	3,096	4,801

Các ví dụ 4 đến 6:

Vi hạt của các ví dụ 4 đến 6 được điều chế bằng cách sử dụng phương thức sau: Nước, Saflufenacil, các chất đã được nghiền khí nén trước tới cỡ hạt (d_{90}) khoảng 3 μm , thể tiền ngưng tụ P1 và 4,01g axit formic nước 10% khối lượng/khối lượng trong đó được nạp vào trong bình phản ứng thể tích 250ml, có trang bị bộ phận khuấy có bản khuấy neo. Bình phản ứng được gia nhiệt tới nhiệt độ 30°C và hỗn hợp được khuấy trong thời gian 40 phút ở nhiệt độ 30°C với tốc độ 700 vòng/phút. Sau đó, chất hoạt động bề mặt 1 được bổ sung và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 30°C trong thời gian 90 phút nữa với tốc độ 350 vòng/phút. Sau đó, bình phản ứng được gia nhiệt từ từ trong thời gian 1 giờ tới nhiệt độ 80°C và nhiệt độ được duy trì ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Sau đó, bình phản ứng được làm mát xuống nhiệt độ 22°C và độ pH của huyền phù tạo ra được điều chỉnh tới độ pH 7 bằng cách bổ sung trietanol amin.

Bảng 2

	Thành phần	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6
Nạp	Nước	84,06 g	95,56 g	107,68 g
	Saflufenacil	40,05 g	40,05 g	40,05 g
	Chất hoạt động bề mặt 2	2,97 g	2,97 g	2,97 g
	Thế tiền ngưng tụ P1	0,46 g	9,09 g	18,16 g
	Axit formic (10%)	4,01 g	4,01 g	4,01 g
Tiếp liệu 1	Chất hoạt động bề mặt 1	14,46 g	14,46 g	14,46 g

Bảng 3: Đánh giá phân tích các ví dụ 4 đến 7

Ví dụ	Sự phân bố cỡ hạt (μm)		
	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)
4	3,052	5,869	11,053
5	2,575	4,031	6,478
6	3,205	5,395	102,869

Trong các ví dụ 5 và 6, lượng chất diệt trừ sinh vật gây hại tự do (không được tạo nang và được giải phóng) được xác định như sau: Trước tiên, dung dịch 10% khối lượng chứa poloxamer 335 (Pluronic® PE 10500) được điều chế, hỗn hợp này được điều chỉnh tới độ pH 5 bằng axit axetic. Dung dịch này tác động như là dung dịch tiếp nhận của thuốc diệt trừ sinh vật gây hại không tạo nang hoặc không được tạo nang chắc chắn. Bổ sung 125mg thể phân tán vi hạt vào 250ml dung dịch tiếp nhận và được khuấy trong thời gian 10 ngày. Các mẫu sau 1 ngày, 4 ngày và 7 ngày được lấy ra và được hút qua màng lọc Teflon 0,2 μm để lấy ra các vi hạt nguyên vẹn. Trong dịch lọc, lượng thuốc diệt trừ sinh vật gây hại được xác định bằng phương pháp HPLC pha đảo và được chuẩn hóa theo cách sao cho toàn bộ lượng thuốc diệt trừ sinh vật gây hại sẽ đạt 100% (100% “thuốc diệt cỏ tự do”, điều này được phát hiện, ví dụ, nếu như hoàn toàn không có sự tạo nang nào xảy ra). Kết quả được tóm tắt trong bảng 4:

Bảng 4: Sự giải phóng saflufenacil từ các vi hạt

		Ví dụ 5	Ví dụ 6
		10% Polyme	20% Polyme
Thành phần hoạt tính giải phóng trong [%]	1 ngày	22	11
	4 ngày	54	15
	7 ngày	73	16

IV. Phần ví dụ phối chế:

Quy trình chung:

Vi hạt huyền phù nước theo sáng chế được trộn với nước và các chất bổ trợ trong khi khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Như vậy, chế phẩm nông hóa CS nước được điều chế bằng cách trộn huyền phù nước chứa vi hạt theo sáng chế với chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt không ion, chất chống tạo bọt, chất bảo quản, propylen glycol làm tác nhân chống đông lạnh, chất làm đặc với lượng sao cho nồng độ cuối cùng là như sau:

15-25% khối lượng saflufenacil ở dạng vi hạt;

0,2-1% khối lượng chất hoạt động bề mặt anion, ví dụ, muối natri của thể ngưng tụ formaldehyt axit naphthalensulfonic hoặc thể ngưng tụ ure formaldehyt axit phenolsulfonic;

1-6% khối lượng chất hoạt động bề mặt alkylalkoxyl hóa không ion, ví dụ, copolyme khối không ion của etylenoxit và propylenoxit, như Pluronic® PE 10500;

0,1-0,05% khối lượng chất chống tạo bọt, ví dụ, chất khử bọt silic, như Wacker Silicon® SRE-PFL;

0,2-5% khối lượng chất phân tán polyme;

0,2% khối lượng chất bảo quản, như Acticide® MBS;

0,5-0,7% khối lượng chất chống đông băng propylen glycol;

0,1-0,3% khối lượng chất làm đặc, như gôm xanthan, ví dụ, Rhodopol® G;

và nước tới 100% khối lượng.

Ví dụ 7: Chế phẩm huyền phù bao nang (capsule suspension-CS)

622g huyền phù bao nang từ ví dụ 5 được trộn ở nhiệt độ 22°C cùng với 70g

propylen glycol, 30g copolyme ba khối của etylenoxit/propylenetoxit, 20g thể ngưng tụ ure formaldehyt axit phenolsulfonic, 5g chất khử bột silic, 2g chất bảo quản, 3g gồm xanthan và nước tới 1 lít.

Độ ổn định bảo quản của chế phẩm ở các nhiệt độ khác nhau được nghiên cứu. Không quan sát thấy có sự kết tụ hoặc kết tinh của saflufenacil (xem trong bảng 5)

Bảng 5: Độ ổn định bảo quản chế phẩm (Sự phân bố cỡ hạt)

	ban đầu		2 tuần		4 tuần	
Nhiệt độ [°C]	d50 [μ]	d90 [μ]	d50 [μ]	d90 [μ]	d50 [μ]	d90 [μ]
+20	2,2	6,1	2,7	6,1	2,7	6,2
+40			2,7	6,1	2,6	6,2
+54			2,7	5,8		
+/-10*			2,6	5,8	2,7	6,0

* nhiệt độ chu trình nằm trong khoảng từ – 10°C đến + 10°C với khoảng giãn cách chu kỳ là 12 giờ

V. Hoạt tính diệt cỏ

Hoạt tính diệt cỏ của huyền phù vi hạt nước được thử nghiệm bằng cách sử dụng thử nghiệm sinh học về giải phóng sau:

Đồ chứa nuôi cấy được sử dụng là khay đựng bình hoa bằng chất dẻo (5x7 bình mỗi khay) chứa cát pha sét với sấp xỉ 3,0% OM làm nền. Mỗi một bình được nạp đầy bằng chất nền. Sau đó, huyền phù vi hạt mà được pha loãng bằng nước được áp dụng bằng cách áp dụng nhỏ giọt (2ml thể tích). Nồng độ của dung dịch pha loãng được lựa chọn theo cách sao cho, tỷ lệ sử dụng xác định 6,25 – 200g/ha (6 tỷ lệ) được áp dụng. Một bình chỉ duy nhất được xử lý bằng nước. Để tham chiếu, chế phẩm không tạo nang của cùng thành phần hoạt tính được sử dụng. Trong toàn bộ 4 khay được xử lý theo cùng cách giống nhau, mỗi một khay biểu thị 1 thời điểm. Sau khi áp dụng, toàn bộ các khay, trừ khay thứ nhất (t=0), được bao kín trong các túi chất dẻo và được bảo quản ở nhiệt độ 25°C trong một thời gian xác định.

Để thử nghiệm về sự giải phóng của các mẫu vi hạt khác nhau, các thời điểm tới 6 tuần được thử nghiệm. Đối với mỗi một thời điểm, một khay được lấy ra khỏi túi bảo quản và hạt của thực vật thử nghiệm (cải xoong làm thực vật chỉ thị sinh học) được gieo trên bề mặt của mỗi một bình riêng biệt. Khay được tưới nhẹ nhàng để thúc đẩy sự nảy

mầm và sinh trưởng và sau đó, được phủ bằng mũ che bằng chất dẻo trong suốt cho tới khi thực vật đã đâm rễ. Việc phủ này khiến cho các thực vật thử nghiệm nảy mầm đồng nhất, trừ khi thao tác này đã bị làm tổn hại bởi mẫu thành phần hoạt tính.

Thực vật được giữ ở trong nhà kính, thời gian sinh trưởng cho tới khi đánh giá sinh trưởng là xấp xỉ 10-12 ngày. Trong thời gian này, thực vật được chăm sóc, và đáp ứng của chúng với từng xử lý riêng biệt được đánh giá. Việc đánh giá được thực hiện sử dụng thang điểm từ 0 đến 100. 100 có nghĩa là thực vật không nhú mầm, hoặc phân hủy hoàn toàn ít nhất các phần không khí và 0 có nghĩa là không sự tổn hại hoặc tiến trình sinh trưởng bình thường. Hoạt tính diệt cỏ mạnh được xác định ở các giá trị ít nhất là 70 và hoạt tính diệt cỏ rất mạnh được xác định ở các giá trị ít nhất là 85. Để đánh giá đặc tính giải phóng, tính hiệu quả của các mẫu thành phần hoạt tính tại các khoảng giãn cách thời gian khác nhau sau khi áp dụng (tới 6 tuần) được so sánh, đường cong về sự giải phóng (mất hoạt tính theo thời gian tăng lên) được báo cáo và đưa vào trong mối tương quan với tham chiếu không tạo nang. Kết quả được tóm tắt trong bảng 6.

Bảng 6:

		Tham chiếu	Ví dụ 6
		Các tình thể hoạt chất (0% Polyme)	20% Polyme
Hoạt tính sinh học ở thử nghiệm trong nhà kính [%] Thử nghiệm sinh học	0 ngày	83	75
	42 ngày	75	85

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm vi hạt chứa saflufenacil, trong đó saflufenacil có mặt ở dạng vi hạt, dạng vi hạt này bao gồm saflufenacil rắn, nó được bao quanh hoặc được bọc bởi polyme chất dẻo amin, đây là sản phẩm đa trùng ngưng của một hoặc nhiều hợp chất amin và một hoặc nhiều aldehyt.
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó polyme chất dẻo amin được lựa chọn từ nhóm gồm có nhựa melamin formaldehyt và nhựa ure formaldehyt.
3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lượng polyme chất dẻo amin trong chế phẩm vi hạt là từ 0,5 đến 40% theo khối lượng, tốt hơn từ 1 đến 35% theo khối lượng và tốt nhất từ 5 đến 25% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của polyme chất dẻo amin và saflufenacil.
4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vi hạt có đường kính hạt trung bình khối lượng d_{50} nằm trong khoảng từ 1 đến 25 μm , khi được xác định bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động của thể khuếch tán nước của các vi nang.
5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vi hạt bao gồm dưới 10% theo khối lượng của các hạt có đường kính hạt trên 50 μm , khi được xác định bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động của thể khuếch tán nước của các vi nang.
6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, chế phẩm này chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt polyme anion có nhiều nhóm sulfat hoặc sulfonat.
7. Chế phẩm theo điểm 6, trong đó chất hoạt động bề mặt polyme là homo- hoặc copolyme của monome (met)acrylat hoặc monome (met)acrylamit có nhóm axit sulfonic.
8. Chế phẩm theo điểm 6 hoặc 7, còn chứa thêm ít nhất một chất nhũ hóa anion ngoài chất hoạt động bề mặt polyme.
9. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, chế phẩm này là huyền phù nước của các vi hạt.
10. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, chế phẩm này là chế phẩm

rắn của các vi hạt.

11. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, chế phẩm này chứa một hoặc nhiều chất phụ gia được sử dụng thông thường trong phối chế các chế phẩm bảo vệ thực vật.

12. Phương pháp điều chế chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, phương pháp bao gồm các bước sau:

- i) cung cấp huyền phù nước hoặc thể phân tán của các hạt saflufenacil rắn;
- ii) bổ sung thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin vào huyền phù nước;
- iii) thực hiện phản ứng đa trùng ngưng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin.

13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó các hạt saflufenacil trong thể phân tán huyền phù nước có đường kính hạt trung bình khối d_{50} nằm trong khoảng từ 0,5 đến 25 μm , khi được xác định bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động.

14. Phương pháp theo điểm 12 hoặc 13, trong đó lượng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin được bổ sung trong bước ii) nằm trong khoảng từ 0,5 đến 40% theo khối lượng, tốt hơn từ 1 đến 35% theo khối lượng và tốt nhất từ 5 đến 25% theo khối lượng, dựa vào tổng lượng của saflufenacil và thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin và được tính toán là chất hữu cơ rắn.

15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 12 đến 14, trong đó phản ứng đa trùng ngưng của thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin được khởi đầu với sự có mặt của ít nhất một chất hoạt động bề mặt polyme anion có nhiều nhóm sulfat hoặc sulfonat, tốt hơn là homo- hoặc copolyme của monome (met)acrylat hoặc monome (met)acrylamit có nhóm axit sulfonic, trước khi bổ sung thể tiền ngưng tụ chất dẻo amin trong bước ii).

16. Phương pháp phòng trừ thực vật không mong muốn, trong đó chế phẩm vi hạt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11 được cho phép tác động lên thực vật, môi trường sống và/hoặc lên hạt của chúng.