



- (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
(51)^{2022.01} A01N 25/12; A01P 13/00; C07F 9/30; (13) B
A01N 57/20



1-0049569

-
- (21) 1-2023-00999 (22) 30/07/2021
(86) PCT/IB2021/056951 30/07/2021 (87) WO 2022/024052 03/02/2022
(30) 202021033002 31/07/2020 IN
(45) 25/08/2025 449 (43) 25/08/2023 425A
(73) UPL LIMITED (IN)
UPL House, 610 B/2, off Western Express Highway, Bandra Village, Bandra-East,
Maharashtra, Mumbai 400051, India
(72) Prashant Vasant KINI (IN); Chandrasekhar Dayal MUDALIAR (IN); Ashishkumar
Ravindra MISHRA (IN); Santosh Ganpat SHELKE (IN).
(74) Công ty cổ phần tư vấn Trung Thực (TRUNG THUC.,JSC)
-

- (54) DẠNG TINH THỂ CỦA MUỐI L-GLUFOSINAT AMONI VÀ PHƯƠNG PHÁP
KIỂM SOÁT SỰ SINH TRƯỞNG KHÔNG MONG MUỐN CỦA THỰC VẬT

(21) 1-2023-00999

(57) Sáng chế đề xuất dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni, chế phẩm hóa nông chứa dạng tinh thể này và phương pháp kiểm soát sự sinh trưởng không mong muốn của thực vật.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dạng rắn mới của muối L-glufosinat amoni và quy trình điều chế chúng. Sáng chế còn đề xuất các chế phẩm chứa dạng này và phương pháp kiểm soát sự sinh trưởng không mong muốn của thực vật bằng cách sử dụng các chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Axit DL-homoalanin-4-yl(metyl)phosphinic (glufosinat) và các muối là các chất dẫn xuất axit amin có hoạt tính diệt cỏ. Các chất dẫn xuất axit amin có hoạt tính ở dạng L. Một vài quy trình đã được phát triển để điều chế axit L-homoalanin-4-yl(metyl)phosphinic (L-glufosinat) và đặc biệt là muối amoni để sử dụng hoạt chất tinh khiết.

Nhiều quy trình tổng hợp kết thúc ở muối cộng axit của L-glufosinat mà từ đó axit tương ứng tự do (L-glufosinat) hoặc muối amoni cần được tạo ra. Các muối được ưu tiên về mặt thương mại do độ hòa tan cao trong nước.

US4226941 bộc lộ việc điều chế L-glufosinat hoặc muối theo cách điều chế nhờ enzym.

US5869668 và CN111072718A bộc lộ việc điều chế L-glufosinat hoặc muối bằng cách phân giải thông qua việc làm kết tủa một trong số muối đồng phân không đối quang bằng cách sử dụng bazơ không đối ảnh tiếp theo là quy trình tách.

US7795464 bộc lộ việc điều chế L-glufosinat theo phản ứng tổng hợp bất đối xứng.

CN105541906A bộc lộ quy trình hai bước điều chế muối L-glufosinat amoni bắt đầu từ muối L-glufosinat hydroclorua bằng cách sử dụng hệ dung môi rượu trong nước và amoniac.

Trong hầu hết các trường hợp, việc bổ sung muối của L-glufosinat đạt được khi kết thúc phản ứng, mà nó cần được chuyển hóa thành muối amoni hoặc muối kim loại kiềm của L-glufosinat. Việc này có thể thực hiện bằng hai cách, bằng cách chuyển hóa muối cộng axit thành axit tự do, tiếp theo là chuyển hóa thành muối mong muốn; hoặc bằng cách chuyển hóa muối cộng axit thành muối mong muốn.

Bằng cách áp dụng phương pháp bất kỳ như nêu trên, quy trình tách sẽ cần quy trình sau xử lý bao gồm các quy trình phức sử dụng cột trao đổi ion hoặc xử lý muối cộng axit của L-glufosinat với các hóa chất nguy hiểm như etylen oxit và propylen oxit. Việc điều chế và tinh chế muối L-glufosinat amoni thường yêu cầu quy trình đa bước mà bao gồm quy trình thủy phân và quy trình kết tinh ảnh hưởng đến hiệu suất và độ tinh khiết của sản phẩm.

Do đó, cần dạng rắn mới của muối L-glufosinat amoni và phát triển phương pháp sản xuất để điều chế muối L-glufosinat amoni có độ tinh khiết cao mà không chứa muối cộng axit của L-glufosinat và/hoặc L-glufosinat bắt đầu từ muối cộng axit của L-glufosinat.

Các tác giả sáng chế đã ngạc nhiên phát hiện ra rằng muối L-glufosinat amoni có độ tinh khiết cao và hiệu suất cao có thể được điều chế ở một bước từ muối cộng axit của L-glufosinat. Sáng chế còn đề xuất dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni có lợi cho việc sản xuất và sử dụng các sản phẩm bào chế.

Mục đích của sáng chế

Một mục đích của sáng chế là tạo ra dạng rắn mới của muối L-glufosinat amoni.

Một mục đích khác của sáng chế là tạo ra cách đơn giản và thuận tiện để sản xuất muối L-glufosinat amoni.

Một mục đích khác của sáng chế là tạo ra quy trình một bước để tạo ra muối amoni của L-glufosinat.

Một mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất muối L-glufosinat amoni mà hầu như không chứa muối cộng axit của L-glufosinat và/hoặc L-glufosinat và sản phẩm phụ bất kỳ khác của phản ứng.

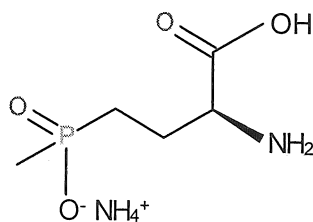
Một mục đích khác của sáng chế là tạo ra muối L-glufosinat amoni có độ tinh khiết và năng suất cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất dạng rắn mới của muối L-glufosinat amoni.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni, hầu như không chứa muối cộng axit của L-glufosinat và/hoặc L-glufosinat và sản phẩm phụ bất kỳ khác của phản ứng.

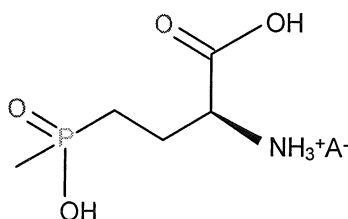
Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình điều chế hợp chất được thể hiện bởi công thức sau (I)



Công thức (I)

quy trình này bao gồm việc:

- tạo huyền phù muối cộng axit của hợp chất được thể hiện bởi công thức dưới đây (II), trong đó A^- là anion, trong dung môi để tạo ra huyền phù;



Công thức (II)

- cho huyền phù tiếp xúc với khí amoniac cho đến khi hòa tan hoàn toàn hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) để tạo ra dung dịch; và
- làm kết tủa hợp chất được thể hiện bởi công thức (I)

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra hợp chất được thể hiện bởi công thức (I) quy trình này bao gồm việc:

- tạo huyền phù muối cộng axit hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) trong dung môi rượu, theo tỷ lệ hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) so với rượu, nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:15 theo trọng lượng để tạo ra huyền phù;

- b) cho huyền phù tiếp xúc với khí amoniac trong các điều kiện không có nước cho đến khi hòa tan hoàn toàn hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) để tạo ra dung dịch; và
- c) đưa dung dịch đến các điều kiện đủ để làm kết tủa hợp chất được thể hiện bởi công thức (I).

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất muối L-glufosinat amoni có phân bố cỡ hạt trung bình theo thể tích D50 thấp hơn hoặc bằng 250 micron, đặc biệt là nằm trong khoảng 1 micron đến 200 micron, và đặc biệt nhất là nằm trong khoảng 10 micron đến 175 micron.

Sáng chế còn đề xuất việc sử dụng dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni để sản xuất các dạng khác của L-glufosinat hoặc các muối khác của chúng.

Bản mô tả này còn bao hàm cả việc sử dụng dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni theo sáng chế để điều chế các chế phẩm và/hoặc các hợp phần hóa nông.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất các chế phẩm hóa nông chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni theo bản mô tả này.

Theo phương án khác nữa, bản mô tả này các chế phẩm hóa nông chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni và ít nhất là một chất phụ gia/tá được chấp nhận được về mặt hóa nông.

Bản mô tả này đề xuất quy trình sản xuất các chế phẩm hóa nông nêu trên của muối L-glufosinat amoni chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni và ít nhất là một chất phụ gia/tá được chấp nhận được về mặt hóa nông.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp kiểm soát quá trình sinh trưởng không mong muốn của thực vật, bao gồm việc đưa thực vật hoặc vị trí của chúng đến hoạt động của dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ:

Hình 1: nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X ghi được bằng cách áp dụng bức xạ Cu—K α đối với dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Hình 2: Phân tích biểu đồ nhiệt vi phân quét đo nhiệt lượng đối với dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Hình 3: sắc ký lỏng cao áp sắc phổ của muối L-glufosinat amoni điều chế được theo bản mô tả này.

Hình 4: sắc ký lỏng cao áp không đối xứng sắc phổ của muối L-glufosinat amoni điều chế được theo bản mô tả này.

Hình 5: phân bố cỡ hạt của muối L-glufosinat amoni.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo khía cạnh hoặc phương án bất kỳ được bộc lộ dưới đây trong bản mô tả này, thuật ngữ chứa có thể được thay thế bằng các thuật ngữ “có chứa” hoặc “chủ yếu bao gồm” hoặc “chủ yếu chứa”. Ngoài ra, các thuật ngữ “bao gồm”, “có”, “gồm”, “chứa”, “khác biệt ở chỗ”, các biến thể của chúng (ví dụ, “có gồm”, “có”, và “bao trùm”, “bao hàm”, v.v.), và các thuật ngữ tương tự như được dùng trong bản mô tả này, kể cả các điểm yêu cầu bảo hộ, sẽ có tính mở và/hoặc bỏ ngo, sẽ có cùng nghĩa như thuật ngữ “chứa” và các biến thể của nó (ví dụ, “gồm” và “bao gồm”), và không loại trừ các yếu tố bổ sung không được nêu rõ hoặc các bước của phương pháp, theo cách minh họa. Trong trường hợp này, thuật ngữ “hầu như không chứa” được dùng trong bản mô tả này sẽ được hiểu là có nghĩa là dạng tinh thể chứa 20% hoặc ít hơn, 10% hoặc ít hơn, 5% hoặc ít hơn, 2% hoặc ít hơn, hoặc 1% hoặc ít hơn của dạng hoặc muối bất kỳ khác của hợp chất theo sáng chế như đo được, ví dụ, theo PXRD. Thuật ngữ “khoảng” được dùng trong bản mô tả này để chỉ trị số đo được như thông số, lượng, khoảng thời gian, và loại tương tự và dự định bao gồm dao động $\pm 15\%$ hoặc ít hơn, đặc biệt là dao động $\pm 10\%$ hoặc ít hơn, cụ thể hơn dao động $\pm 5\%$ hoặc ít hơn, cụ thể hơn nữa là dao động $\pm 1\%$ hoặc ít hơn, và cụ thể hơn nữa là dao động $\pm 0,1\%$ hoặc ít hơn của và so với trị số đã được nêu cụ thể, chừng nào các dao động đó là phù hợp để thực hiện giải pháp được bộc lộ trong bản mô tả này. Hơn thế nữa, cũng cần phải hiểu rằng chính trị số mà được bỏ nghĩa bằng thuật ngữ “khoảng” được bộc lộ một cách cụ thể trong bản mô tả này.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất dạng rắn mới của muối L-glufosinat amoni.

Liên quan đến bản mô tả này muối L-glufosinat amoni là dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni trong bản mô tả này được gọi là dạng I. “Muối L-glufosinat amoni”,

“L-glufosinat amoni” và dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni thay thế nhau được dùng trong toàn bộ bản mô tả này để chỉ dạng tinh thể I.

Do đó, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ít nhất là 80% trọng lượng, cụ thể ít nhất là 90% trọng lượng, bao gồm dạng I của muối L-glufosinat amoni.

Dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni có thể được xác định bằng cách đo nhiễu xạ bột bằng tia X trên cơ sở nhiễu xạ đồ của nó.

Nói chung, dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni khác biệt ở chỗ mô hình nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X cơ bản như được thể hiện trên hình 1.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là ba trong số các phản chiếu dưới đây, được nêu theo trị số 2θ ($\pm 0,2^\circ$) khoảng 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một phản chiếu, được nêu theo trị số 2θ ($\pm 0,2^\circ$) khoảng 9,0, 13,1, 14,1 và 18,9.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một đỉnh được chọn từ nhóm 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 độ $2\theta \pm 0,2$ độ 2θ .

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo 2θ ($\pm 0,2^\circ$) được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 độ $2\theta \pm 0,2$ độ 2θ có cường độ tương đối ít nhất là 30% so với đỉnh có cường độ mạnh nhất ở 18,9.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo 2θ ($\pm 0,2^\circ$) được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có cường độ tương đối ít nhất là 30% so với đỉnh có cường độ mạnh nhất ở 18,9.

Theo phương án khác, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có cường độ tương đối ít nhất là 50% so với đỉnh có cường độ mạnh nhất ở 18,9.

Theo một phương án, dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có % cường độ của đỉnh như sau:

Trị số của đỉnh ($2\theta (\pm 0,2^\circ)$)	Cường độ (%)
17,6	88,3
18,2	80,6
18,9	100,0
23,5	54,3

Theo phương án khác, dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn trong soos 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có % cường độ của đỉnh như sau:

Trị số của đỉnh ($2\theta (\pm 0,2^\circ)$)	Cường độ (%)
17,5	79,8
18,1	49,3
18,9	100,0
23,4	53,2

Theo phương án khác dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có % cường độ của đỉnh như sau:

Trị số của đỉnh ($2\theta (\pm 0,2^\circ)$)	Cường độ (%)
17,6	79,1
18,2	53,0
19,0	100,0
23,5	54,6

Theo phương án khác, dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có % cường độ của đỉnh như sau:

Trị số của đỉnh ($2\theta (\pm 0,2^\circ)$)	Cường độ (%)
17,6	82,3
18,2	55,6
19,0	100,0
23,5	59,3

Theo phương án khác dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có % cường độ của đỉnh như sau:

Trị số của đỉnh ($2\theta (\pm 0,2^\circ)$)	Cường độ (%)
17,6	88,5
18,2	61,6
18,9	100,0
23,5	61,8

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là sáu trong số các phản chiếu dưới đây, được nêu theo trị số $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ khoảng 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni đặc trưng bởi một hoặc nhiều dữ liệu được chọn trong số

mô hình nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X có các đỉnh ở 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3 độ $2\theta \pm 0,2$ độ 2θ ;

mô hình nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X có ít nhất là ba đỉnh được chọn từ nhóm gồm 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3 độ $2\theta \pm 0,2$ độ 2θ ;

mô hình nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X cơ bản như được thể hiện trên hình 1;

biểu đồ nhiệt vi phân quét đo nhiệt lượng có ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C;

biểu đồ nhiệt quét đo nhiệt lượng vi phân cơ bản như được thể hiện trên hình 2; và hỗn hợp của chúng.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà còn được đặc trưng bởi tỷ lệ trọng lượng giữa L-glufosinat và amoni.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể của L-glufosinat amoni trong đó tỷ lệ giữa L-glufosinat và amoni nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1.

Tinh thể dạng I của muối L-glufosinat amoni còn được đặc trưng bởi tỷ lệ giữa L-glufosinat và amoni mà là tương đương với tỷ lệ lý thuyết bằng 10,06:1.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng 9,9 đến 10,5: 1.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là ba trong số các phản chiếu dưới đây, được nêu theo trị số $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ khoảng 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3 và chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số

các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn trong số 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có cường độ tương đối ít nhất là 50% so với đỉnh có cường độ cao nhất và chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ khoảng 11,6, 17,6, 18,2, 23,4, 26,0 và 33,3 và chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà thể hiện biểu đồ nhiệt theo phân tích đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) với ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C.

Theo một phương án, các hiện tượng nhiệt đặc trưng được ghi nhận là hiện tượng thu nhiệt.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà thể hiện biểu đồ nhiệt theo phân tích đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) có ít nhất là hai hiện tượng thu nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà thể hiện biểu đồ nhiệt DSC có tham chiếu đến Hình 2.

Trong bản mô tả này, hợp chất được thể hiện bởi công thức (I) là L-glufosinat amoni, muối L-glufosinat amoni hoặc dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Trong bản mô tả này, hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) là muối cộng axit của L-glufosinat, muối này được tạo ra với axit được chọn từ axit vô cơ hoặc axit hữu cơ, ví dụ, axit clohydric, axit sulfuric, axit phosphoric, axit axetic v.v..

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni đặc trưng bởi dữ liệu được chọn từ ít nhất là một trong số dữ liệu dưới đây:

nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là ba trong số các phản chiếu dưới đây, được nêu theo trị số $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ khoảng 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3 và biểu đồ nhiệt theo phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) có ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni đặc trưng bởi ít nhất là một tính chất được chọn từ

nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là ba trong số các phản chiếu dưới đây, được nêu theo trị số $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ khoảng 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3 và chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1

hoặc

biểu đồ nhiệt theo phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) có ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ được chọn từ 17,6, 18,2, 18,9 và 23,4 có % cường độ của đỉnh ít nhất là 50 và chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1 và thể hiện biểu đồ nhiệt theo phân tích đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) với ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mà ở nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là một trong số các trị số được nêu theo $2\theta (\pm 0,2^\circ)$ khoảng 11,6, 17,6, 18,2, 23,4, 26,0 và 33,3 và chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1 và thể hiện biểu đồ nhiệt theo phân tích đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) với ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình một bước chuyển hóa muối cộng axit của L-glufosinat thành muối amoni của L-glufosinat với hiệu suất và độ tinh khiết cao.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất quy trình điều chế dạng rắn của muối L-glufosinat amoni.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni.

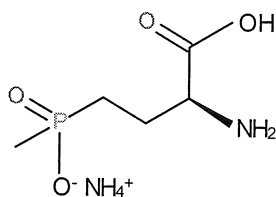
Quy trình hiện tại có thể tạo ra dạng rắn của muối L-glufosinat amoni ở dạng hầu như tinh khiết.

Thuật ngữ “dạng rắn hầu như tinh khiết của muối L-glufosinat amoni” được dùng để chỉ dạng rắn có độ tinh khiết cao hơn khoảng 95% trọng lượng, đặc biệt là cao hơn khoảng 98% trọng lượng. Dạng hầu như tinh khiết của muối L-glufosinat amoni hầu như không chứa muối cộng axit của L-glufosinat và/hoặc L-glufosinat và sản phẩm phụ bất kỳ khác của phản ứng.

Nói chung, độ tinh khiết có thể được đo theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC).

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất hầu như tinh khiết dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni.

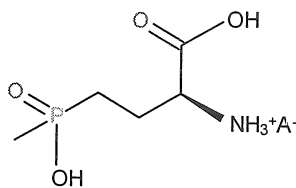
Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra hợp chất được thể hiện bởi công thức (I) dưới đây



Công thức (I)

quy trình này bao gồm việc:

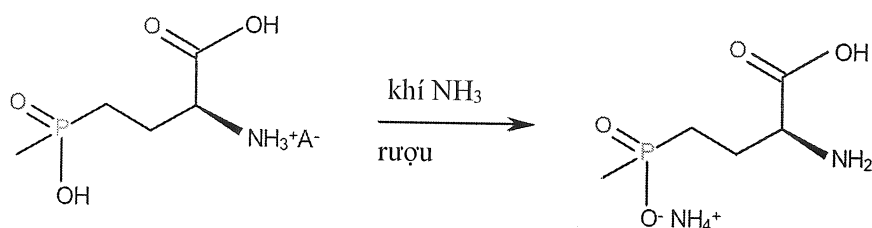
- a) tạo huyền phù muối cộng axit của hợp chất được thể hiện bởi công thức dưới đây (II), trong đó A⁻ là anion, trong dung môi rượu để tạo ra huyền phù;



Công thức (II)

- b) cho huyền phù tiếp xúc với khí amoniac cho đến khi hòa tan hoàn toàn hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) để tạo ra dung dịch; và
- c) đưa dung dịch đến các điều kiện đủ để làm kết tủa hợp chất được thể hiện bởi công thức (I).

Quy trình theo bản mô tả này được thể hiện ở dạng sơ đồ như sau:



trong đó A^- là anion.

Theo một phương án, anion A^- được chọn từ halogenua, phosphat, sulphat hoặc axetat.

Theo một phương án, muối cộng axit của hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) dưới đây được tạo ra với L-glufosinat và axit được chọn từ axit clohydric, axit sulfuric, axit phosphoric và axit axetic.

Theo một phương án, muối cộng axit của L-glufosinat là muối L-glufosinat hydroclorua.

Muối L-glufosinat hydroclorua có thể được điều chế theo các quy trình đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra muối L-glufosinat amoni quy trình này bao gồm việc:

- a) tạo huyền phù muối L-glufosinat hydroclorua trong dung môi rượu để tạo ra huyền phù;

- b) cho huyền phù tiếp xúc với khí amoniac trong các điều kiện không có nước cho đến khi hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua để tạo ra dung dịch; và
- c) đưa dung dịch đến các điều kiện đủ để làm kết tủa muối L-glufosinat amoni.

Theo một phương án, quy trình để tạo ra muối L-glufosinat amoni bao gồm việc:

- a) cho huyền phù chứa muối L-glufosinat hydroclorua trong dung môi rượu tiếp xúc với khí amoniac trong các điều kiện không có nước để tạo ra dung dịch và
- b) đưa dung dịch đến các điều kiện đủ để thu được muối L-glufosinat amoni.

Sáng chế còn đề xuất quy trình tạo ra hợp chất được thể hiện bởi công thức (I), quy trình này bao gồm việc:

- a) tạo huyền phù muối cộng axit hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) trong dung môi rượu, theo tỷ lệ hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) so với rượu, nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:15 theo trọng lượng, để tạo ra huyền phù;
- b) cho huyền phù tiếp xúc với khí amoniac trong các điều kiện không có nước cho đến khi hòa tan hoàn toàn hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) để tạo ra dung dịch; và
- c) đưa dung dịch đến các điều kiện đủ để làm kết tủa hợp chất được thể hiện bởi công thức (I).

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình tạo ra muối L-glufosinat amoni quy trình này bao gồm việc:

- a) tạo huyền phù muối L-glufosinat hydroclorua trong dung môi rượu, theo tỷ lệ muối L-glufosinat hydroclorua so với rượu nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:10 theo trọng lượng, để tạo ra huyền phù;
- b) cho huyền phù tiếp xúc với khí amoniac trong các điều kiện không có nước cho đến khi hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua để tạo ra dung dịch; và
- c) đưa dung dịch đến các điều kiện đủ để làm kết tủa muối L-glufosinat amoni.

Theo một phương án, quy trình này được thực hiện trong các điều kiện không có nước.

Theo một phương án, dung môi rượu được chọn từ nhưng không chỉ giới hạn ở metanol, etanol, rượu propylic, rượu isopropylic, glycol, glyxerol hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án, rượu dung môi là metanol.

Theo một phương án, tỷ lệ giữa muối cộng axit của hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) to alcohol, nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:10 theo trọng lượng.

Theo một phương án, tỷ lệ giữa muối cộng axit của hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) và rượu nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:8 theo trọng lượng.

Theo một phương án, tỷ lệ giữa muối L-glufosinat hydroclorua và rượu nằm trong khoảng từ 1:5 đến 1:8 theo trọng lượng.

Theo một phương án, dung môi rượu được chọn từ hỗn hợp gồm dung môi rượu với dung môi keton như axeton.

Theo một phương án, bước b) được thực hiện bằng cách cho huyền phù theo bước a) tiếp xúc với khí amoniac cho đến khi hòa tan hoàn toàn L-glufosinat hydroclorua.

Theo một phương án, bước b) được thực hiện bằng cách sục khí amoniac.

Theo một phương án, tỷ lệ giữa muối cộng axit của hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) so với khí amoniac nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1: 5.

Theo một phương án, tỷ lệ giữa muối cộng axit của hợp chất được thể hiện bởi công thức (II) so với khí amoniac nằm trong khoảng từ 1:2 đến 1: 5.

Theo một phương án, tỷ lệ mol giữa muối L-glufosinat hydroclorua so với khí amoniac nằm trong khoảng từ 1:2 đến 1: 5.

Theo một phương án, bước b) tạo ra dung dịch, trong đó dung dịch có độ pH nằm trong khoảng 7 đến 12.

Theo một phương án, bước b) tạo ra dung dịch, trong đó dung dịch có độ pH nằm trong khoảng 7,5 đến 10.

Theo một phương án, bước c) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30°C đến 90°C để cho phép muối L-glufosinat amoni kết tủa ra.

Theo một phương án, bước c) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 80°C để cho phép muối L-glufosinat amoni kết tủa ra.

Theo một phương án, muối L-glufosinat amoni được lọc ra.

Theo một phương án, các tạp chất và các sản phẩm phụ từ các bước trước và amoni clorua tạo thành trong phản ứng vẫn còn trong dịch lọc.

Theo một phương án, mức độ tinh khiết hóa học của muối L-glufosinat amoni ít nhất là 95% trọng lượng.

Theo một phương án, mức độ tinh khiết hóa học của muối L-glufosinat amoni là cao hơn 96% trọng lượng.

Theo một phương án, mức độ tinh khiết không đối xứng của muối L-glufosinat amoni là tuyệt đối.

Theo một phương án, tỷ lệ L:D của muối L-glufosinat amoni nằm trong khoảng từ 95:5 đến 99,9:0,1.

Theo một phương án, tỷ lệ L:D của muối L-glufosinat amoni nằm trong khoảng từ 96:4 đến 99:1.

Sáng chế còn đề xuất muối L-glufosinat amoni mà hầu như không chứa muối cộng axit của L-glufosinat và/hoặc L-glufosinat.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất muối L-glufosinat amoni mà hầu như không chứa muối cộng axit của L-glufosinat.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất muối L-glufosinat amoni mà hầu như không chứa muối L-glufosinat hydroclorua.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất muối L-glufosinat amoni mà chứa muối L-glufosinat hydroclorua với lượng ít hơn 0,5% trọng lượng.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất muối L-glufosinat amoni mà hầu như không chứa L-glufosinat.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất muối L-glufosinat amoni mà chứa L-glufosinat với lượng ít hơn 0,5% trọng lượng.

Muối L-glufosinat amoni điều chế được theo bản mô tả này có phân bố cỡ hạt trung bình theo thể tích D50 thấp hơn hoặc bằng 250 micron, đặc biệt là khoảng 1 micron đến 200 micron, và đặc biệt nhất là khoảng 10 micron đến 175 micron.

Theo một phương án, các phần tử của muối L-glufosinat amoni điều chế được theo bản mô tả này có D50 (trung vị cho phân bố theo thể tích, đã được xác định là đường kính khi một nửa quần thể nằm dưới trị số này) thấp hơn hoặc bằng 250 micron.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni đặc trưng bởi dữ liệu được chọn từ một hoặc nhiều trong số dưới đây:

nhiều xạ đồ của bột nhờ tia X sử dụng bức xạ Cu—K α thể hiện ít nhất là ba trong số các phản chiếu dưới đây, được nêu theo trị số 2θ ($\pm 0,2^\circ$) khoảng 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3;

muối L-glufosinat amoni chứa L-glufosinat và amoni theo tỷ lệ nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1;

biểu đồ nhiệt theo phép đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC) với ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C;

quy trình này bao gồm việc:

- a) tạo huyền phù muối L-glufosinat hydroclorua trong dung môi rượu để tạo ra huyền phù;
- b) cho huyền phù tiếp xúc với khí amoniac trong các điều kiện không có nước cho đến khi hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua để tạo ra dung dịch; và
- c) đưa dung dịch đến các điều kiện đủ để làm kết tủa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Sáng chế còn đề xuất việc sử dụng dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni để sản xuất các dạng khác của L-glufosinat hoặc muối của nó.

Bản mô tả này còn bao hàm cả việc sử dụng dạng tinh thể nêu trên của muối L-glufosinat amoni theo sáng chế để điều chế các chế phẩm và/hoặc các hợp phần hóa nông.

Bản mô tả này đề xuất quy trình sản xuất các chế phẩm hóa nông nêu trên của muối L-glufosinat amoni chứa dạng tinh thể nêu trên của muối L-glufosinat amoni và một hoặc nhiều chất phụ gia/tá được chấp nhận được về mặt hóa nông.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm hóa nông chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Do đó, theo một phương án, sáng chế đề xuất chất diệt cỏ chế phẩm chứa:

- i) dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni; và
- ii) ít nhất là một trong số các chất phụ gia/các tá được chấp nhận được về mặt hóa nông.

Theo một phương án, các chế phẩm theo bản mô tả này chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 99% trọng lượng của chế phẩm này.

Theo một phương án, các chế phẩm theo bản mô tả này chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni có phân bố cỡ hạt trung bình theo thể tích D50 thấp hơn hoặc bằng 250 micron, đặc biệt là khoảng 1 micron đến 200 micron, và đặc biệt nhất là khoảng 10 micron đến 175 micron.

Theo một phương án, tá được/chất phụ gia chấp nhận được về mặt hóa nông có thể được chọn trong số các tá được hoặc các chất hoạt động bề mặt bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các tác nhân thấm ướt, các chất nhũ hóa, các chất phân tán, các tác nhân cải biến độ nhớt, các tác nhân chống tạo bọt, các tác nhân chống đông, các tác nhân điều chỉnh độ pH, các chất làm ổn định, các tác nhân chống đóng vón, các chất diệt khuẩn và các chất tương tự.

Chế phẩm L-glufosinat amoni theo bản mô tả này có thể bao gồm các chất phụ gia như các chất hoạt động bề mặt, dung môi, phân bón, các chất điều chỉnh độ pH, các chất ức chế kết tinh, các chất điều chỉnh độ nhớt, các tác nhân tạo huyền phù, các tác nhân cải biến giọt phun, các chất tạo màu, các chất chống oxy hóa, các tác nhân tạo bọt, các tác nhân chặn ánh sáng, các tác nhân tạo tương thích, các tác nhân chống bọt, các tác nhân càn hóa, các tác nhân trung hòa, các chất chống ăn mòn, chất màu, các chất tạo mùi, các tác nhân phát tán, các tác nhân trợ thấm, các chất vi dinh dưỡng, các chất làm mềm, các chất làm trơn, các tác nhân gây dính, các tác nhân phân tán, các tác nhân làm đặc, các chất ức chế điểm đông lạnh, các tác nhân diệt vi khuẩn, và các chất tương tự.

Theo một phương án, các chế phẩm theo bản mô tả này có thể ở dạng chất lỏng đặc dễ hòa tan, nhũ tương đặc, vi nhũ tương, huyền phù đặc, bột hoặc hạt dễ phân tán trong nước.

Theo một phương án, các chế phẩm theo bản mô tả này có thể ở dạng bột hoặc hạt dễ phân tán trong nước.

Theo một phương án, các chế phẩm theo bản mô tả này còn chứa một hoặc nhiều hoạt chất khác.

Theo một phương án, các hoạt chất mà có thể có mặt ở các chế phẩm theo bản mô tả này được chọn từ, nhưng không chỉ giới hạn ở, các chất diệt cỏ, các chất diệt nấm mốc, các chất diệt côn trùng, các chất làm rụng lá, các chất hút ẩm và các yếu tố điều biến sinh trưởng của thực vật.

Theo một phương án, hoạt chất mà có thể có mặt ở các chế phẩm theo bản mô tả này là chất diệt cỏ.

Hoạt chất có thể là chất diệt cỏ hòa tan trong nước hoặc không hòa tan trong nước được chọn từ: các chất diệt cỏ diphenyl ete như oxyfluorfen, axiflofen và các muối của nó, lactofen và các muối của nó, fomesafen và các muối của nó; các chất diệt cỏ tương tự pyrimidinyloxybenzoic như pyriithiobac natri, bispyribac natri; các chất diệt cỏ trên cơ sở phospho hữu cơ như glyphosat và các muối của nó, bilanafos và các muối của nó, bialaphos và các muối của nó; các chất diệt cỏ bipyridini như paraquat và diquat và các muối của chúng; các chất diệt cỏ axit aryloxyalkanoic như 2,4-D và các muối và các este của nó, MCPA, MCPB và muối của chúng; các chất diệt cỏ aryloxyphenoxypropionic như haloxyfop, các chất đồng phân và các este, clodinafop và các este của nó; các chất diệt cỏ pyridin như triclopyr, picloram, aminopyralid và các muối của chúng; các chất thơm diệt cỏ như dicamba, 2,3,6-TBA, tricamba và muối của chúng; các chất diệt cỏ axit pyridincarboxylic như clopyralid; các imidazolinon được chọn từ imazameth, imazamethabenz, imazamox, imazapic, imazapyr, imazaquin, imazethapyr; các chất diệt cỏ như các chất diệt cỏ sulfonyl ure như flazasulfuron, rimsulfuron, bensulfuron, etoxysulfuron, mesosulfuron, oxasulfuron, pyrazosulfuron-ethyl và muối của chúng; các chất diệt cỏ cyclohexandion oxim như clethodim và các muối của nó, cloxetamit chất diệt cỏ như metolachlor và các muối của nó và các chất đồng phân, các chất diệt cỏ phenyl phtalimit như flumioxazin và các muối của nó, mesotrion, các chất diệt cỏ đinitroanilin như oryzalin, pendimethalin, profluralin, trifluralin và các muối của nó, các chất diệt cỏ

axit dicarboxylic hai vòng như endothal và các muối của nó hoặc hỗn hợp gồm các chất diệt cỏ này.

Theo một phương án thích hợp, các chất diệt cỏ có thể được chọn từ axetochlor, axiflofen, aclonifen, alachlor, ametryn, amidosulfuron, aminopyralid, amitrol, anilofos, asulam, atrazin, azafenidin, azimsulfuron, benazolin, benfluralin, bensulfuron-metyl, bentazon, bifenox, binalafos, bispyribac-natri, bromaxil, bromoxynil, butachlor, butroxidim, cafenstrole, carbetamit, carfentrazone-etyl, chloridazon, Chlorimuron-etyl, clobromuron, clotoluron, chlorsulfuron, xiniđon-etyl, cinosulfuron, clethodim, Clomazone, Clopyralid, Cloransulam-metyl, Clorsulfuron, Xyanazin, Xycloat, Xyclosulfamuron, Xycloxydim, Dalapon, Desmedipham, Dicamba, Dichlobenil, Dichlormid, Diclosulam, Diflufenican, Dimefuron, Dimepipeat, Dimethachlor, Dimethenamid, Diquat, Diuron, Esprocarb, Ethalfluralin, Ethametsulfuron-metyl, Ethofumesate, Etoxysulfuron, Fentrazamit, Flazasulfuron, Florasulam, Fluchloralin, Flufenacet, Flumetsulam, Flumioxazin, Fluometuron, Flupyrsulfuron-metyl, Flochloridone, Floxypyr, Flurtamone, Fomesafen, Foramsulfuron, Hexazinon, Imazamethabenz-m, Imazamox, mazapic, Imazapyr, Imazaquin, Imazethapyr, Imazosulfuron, Iodosulfuron, loxynil, Isoproturon, Isoxaben, Isoxaflutol, Lactofen, Lenaxil, Linuron, Mefenacet, Mesosulfuron-metyl, Mesotrion, tembotrion, topramezone, Metamitron, Metazachlor, Methabenzthiazuron, Metobromuron, Metolachlor, S-metolachlor Metosulam, Metoxuron, Metribuzin, Metsulfuron-metyl, Molinate, MSMA, Napropamit, Nicosulfuron, Norflurazon, Oryzalin, Oxadiargyl, Oxadiazon, Oxasulfuron, Oxyfluorfen, Paraquat, Pendimethalin, Phenmedipham, Picloram, Pretilachlor, Profoxydim, Prometryn, Propanil, Propisochlor, Propoxycarbazone, Propyzamit, Prosulfocarb, Prosulfuron, Pyraflufen-etyl, Pyrazosulfuron, Pyroxasulfon, Pyridat, Pyriithiobac, Quinclorac, Quinmerac, Quinotrion, Rimsulfuron, Setoxydim, Simazin, Sulcotrion, Sulfentrazone, Sulfosulfuron, Tebuthiuron, Tepraloxymid, Terbutylazin, Terbutryn, Thifensulfuron-metyl, Thiobencarb, Tralkoxydim, Triallate, Triasulfuron, Tribenuron-metyl, Triclopyr, Trifloxysulfuron, Trifluralin, Triflusulfuron-metyl, Tritosulfuron, và các hỗn hợp và các tổ hợp của chúng.

Theo một phương án, các chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng cho cây trồng có thể chịu đựng mà chịu được glufosinat.

Các chế phẩm trừ cỏ theo sáng chế còn có thể được sử dụng cùng với glyphosat, dicamba, hoặc 2,4-D cho cây trồng chịu được glyphosat, dicamba, hoặc 2,4-D.

Theo một phương án, các chế phẩm theo bản mô tả này có thể được sử dụng kết hợp với các chất diệt cỏ mà là chọn lọc đối với cây trồng đang được xử lý và bổ sung cho phổ cỏ được kiểm soát bởi các chế phẩm này ở mức dùng được áp dụng. Khi được sử dụng cùng với các hoạt chất khác, muối L-glufosinat amoni được yêu cầu bảo hộ theo đơn này có thể được sản xuất với các hoạt chất khác ở dạng các thể cô trộn sẵn, đã được trộn trong thùng với các hoạt chất khác để phun hoặc dùng liên tục với các hoạt chất khác ở các lần phun riêng rẽ. Các chế phẩm có thể được pha loãng từ 1 đến 2000 lần trong hỗn hợp phun thuốc trừ sinh vật gây hại tại thời điểm sử dụng tùy theo thực tiễn nông nghiệp địa phương và được sử dụng trong các lần dùng thuốc trừ sinh vật gây hại để kiểm soát cỏ ở môi trường trồng cây lưu niên và không lưu niên.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất phương pháp kiểm soát quá trình sinh trưởng không mong muốn của thực vật, bao gồm việc đưa thực vật hoặc vị trí của chúng đến hoạt động của chế phẩm chứa:

- i) dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni; và
- ii) một hoặc nhiều chất phụ gia chấp nhận được về mặt hóa nông.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp kiểm soát quá trình sinh trưởng không mong muốn của thực vật, bao gồm việc đưa thực vật hoặc vị trí của chúng đến hoạt động của dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất phương pháp kiểm soát quá trình sinh trưởng không mong muốn của thực vật, bao gồm việc đưa thực vật hoặc vị trí của chúng đến hoạt động của lượng hữu hiệu về mặt nông học của dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni.

Theo một phương án, lượng hữu hiệu về mặt nông học chứa khoảng từ 10 gam dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mỗi hecta đến 1500 gam dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mỗi hecta.

Theo một phương án, lượng hữu hiệu về mặt nông học chứa khoảng từ 100 gam dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mỗi hecta đến 1000 gam dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni mỗi hecta.

Theo một phương án, khoảng nhiệt độ trong giai đoạn dùng các chế phẩm theo sáng chế có thể là quan trọng và sẽ thay đổi tùy theo cây trồng và vùng địa lý.

Các phương pháp phân tích

Phương pháp nhiễu xạ bột tia X (XRD):

Nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X đối với dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni ghi được bằng cách sử dụng bức xạ Cu—K α . Các thông số chi tiết được nêu dưới đây

Dụng cụ: thiết bị đo nhiễu xạ Bột tia X pha D2 thế hệ 2 do Bruker sản xuất;

Được vận hành ở: 30,0kV, 10mA;

Bức xạ: Cu K α ;

Mô hình: phản chiếu

Bước sóng: 1,54060 °A,

Khoảng quét: 2 – 40 2 θ ,

Cỡ bước: 0,02°

Thiết bị đo nhiệt lượng quét vi phân (DSC):

Biểu đồ nhiệt vi phân quét đo nhiệt lượng đối với dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni được ghi nhận như sau:

Dụng cụ: Thiết bị đo nhiệt lượng quét vi phân Mettler Toledo DSC-3

Tốc độ làm nóng: 10°C/phút

Khoảng nhiệt độ: 30°C đến 350°C, trong dòng khí quyển N₂ 20ml/phút

Cỡ hạt:

Mức phân phối cỡ hạt của muối L-glufosinat amoni được ghi nhận bằng cách sử dụng thiết bị phân tích cỡ hạt Malvern Mastersizer 2000 với phụ kiện Hydro 2000SM (A) bằng cách sử dụng huyền phù chứa 1% muối L-glufosinat amoni trong rượu isopropylic khan.

Sáng chế này được giải thích cụ thể hơn bằng các ví dụ dưới đây. Tuy nhiên, cần phải hiểu rằng phạm vi của sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ theo cách bất kỳ. Trong một số trường hợp, một số dấu hiệu của các phương án đã được bộc lộ có thể được sử dụng mà không sử dụng tương ứng các dấu hiệu khác. Do đó, các điểm yêu cầu bảo hộ cần được giải thích phù hợp theo nghĩa rộng và theo cách phù hợp với phạm vi của sáng chế. Người có hiểu biết trong lĩnh vực kỹ thuật này cần hiểu được rằng sáng chế bao gồm các ví dụ dưới đây và cũng có thể được cải biến và biến đổi trong phạm vi kỹ thuật của sáng chế.

Ví dụ

Điều chế dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni

Ví dụ 1: Điều chế muối L-glufosinat amoni

366g (1,35mol) muối L-glufosinat hydroclorua được tạo huyền phù trong 2820g metanol (theo tỷ lệ trọng lượng 1:7,7) ở nhiệt độ 30°C. Huyền phù này được sục khí amoniac khô (57,1g, 3,36mol) cho đến khi độ pH của dung dịch đạt đến khoảng 7,9 đến 8,5 và hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua. Lúc đó khối lượng phản ứng được làm nóng đến và được duy trì ở nhiệt độ 65°C đến 70°C cho đến khi muối L-glufosinat amoni bắt đầu kết tủa ra (4 giờ đến 6 giờ). Tiếp đó, phản ứng khối lượng được làm nguội đến 30°C và được để trong thời gian 1 giờ đến 2 giờ để sản phẩm kết tủa hoàn toàn. Muối L-glufosinat amoni kết tủa được lọc và rửa bằng 300g metanol để tạo ra 225g muối L-glufosinat amoni. Hiệu suất 78,4%; độ tinh khiết theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC) 96,63%; L-glufosinat: 0,25%; muối L-glufosinat hydroclorua <0,05%, Hình 1 và 2. Tỷ lệ giữa L-glufosinat so với amoni (theo trọng lượng)- 9,88: 1.

Ví dụ 2: Điều chế muối L-glufosinat amoni

530g (1,95mol) muối L-glufosinat hydroclorua được tạo huyền phù trong 3700g metanol (theo tỷ lệ trọng lượng 1:7,0) ở nhiệt độ 30°C. Huyền phù này được sục khí amoniac khô (83g, 4,87mol) cho đến khi hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua. Lúc đó, khối lượng phản ứng được làm nóng đến và được duy trì ở nhiệt độ 65°C đến 70°C cho đến khi muối L-glufosinat amoni bắt đầu kết tủa ra (4 giờ đến 6 giờ). Tiếp đó, phản ứng khối lượng được làm nguội đến 30°C và được để trong thời gian 1 giờ đến 2 giờ để sản phẩm kết tủa hoàn toàn. Muối L-glufosinat amoni kết tủa được lọc và rửa bằng 400g metanol để tạo ra 342g muối L-glufosinat amoni. Hiệu suất 85%; Độ tinh khiết theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC) 96,47%, Hình 3; L-glufosinat: 0,19%; muối L-glufosinat hydroclorua <0,05%. Tỷ lệ giữa L-glufosinat so với amoni - 9,79: 1.

Mẫu được thử lại sau giai đoạn 360 ngày và tỷ lệ giữa L-glufosinat so với amoni (theo trọng lượng) được thấy là - 9,82: 1.

Ví dụ 3: Điều chế muối L-glufosinat amoni

70g (0,283mol) muối L-glufosinat hydroclorua được tạo huyền phù trong 490g metanol (theo tỷ lệ trọng lượng 1:7,0) ở nhiệt độ 30°C. Huyền phù này được sục khí amoniac khô (12g, 0,70 mol) cho đến khi hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua. Chất phản ứng được nâng nhiệt độ đến và được duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng 70°C đến 75°C cho đến khi muối L-glufosinat amoni bắt đầu kết tủa ra (4 giờ đến 6 giờ). Tiếp đó, phản ứng khối lượng được làm nguội đến 30°C và được để trong thời gian 1 giờ đến 2 giờ để sản phẩm kết tủa hoàn toàn. Muối L-glufosinat amoni kết tủa được lọc và rửa bằng 50g metanol để tạo ra 45g muối L-glufosinat amoni. Hiệu suất: 80%; Độ tinh khiết theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC): 98,13%; Độ tinh khiết không đối xứng: 97,05:2,95; hình 4.

Ví dụ 4: Điều chế muối L-glufosinat amoni (tỷ lệ của muối L-glufosinat hydroclorua so với rượu là 1:6)

70g (0,283mol) muối L-glufosinat hydroclorua được tạo huyền phù trong 420g metanol (theo tỷ lệ trọng lượng 1:6,0) ở nhiệt độ 30°C. Huyền phù này được sục khí amoniac khô (12g, 0,70 mol) cho đến khi độ pH của dung dịch đạt đến khoảng 7,9 đến 8,5 và hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua. Lúc đó, khối lượng phản ứng được làm nóng đến và được duy trì ở nhiệt độ 65°C đến 70°C cho đến khi muối L-glufosinat amoni bắt

đầu kết tủa ra (4 giờ đến 6 giờ). Tiếp đó, phản ứng khối lượng được làm nguội đến 30°C và được để trong thời gian 1 giờ đến 2 giờ để sản phẩm kết tủa hoàn toàn. Muối L-glufosinat amoni kết tủa được lọc và rửa bằng 42g metanol để tạo ra 48g muối L-glufosinat amoni. Hiệu suất: 82,7%; Độ tinh khiết theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC): 96,5%.

Ví dụ 5: Điều chế muối L-glufosinat amoni (tỷ lệ của muối L-glufosinat hydroclorua so với rượu là 1:10)

70g (0,283mol) muối L-glufosinat hydroclorua được tạo huyền phù trong 700g metanol (theo tỷ lệ trọng lượng 1:10,0) ở nhiệt độ 30°C. Huyền phù này được sục khí amoniac khô (12g, 0,70 mol) cho đến khi độ pH của dung dịch đạt đến khoảng 7,9 đến 8,5 và hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua. Lúc đó, khối lượng phản ứng được làm nóng đến và được duy trì ở nhiệt độ 65°C đến 70°C cho đến khi muối L-glufosinat amoni bắt đầu kết tủa ra (4 giờ đến 6 giờ). Tiếp đó, phản ứng khối lượng được làm nguội đến 30°C và được để trong thời gian 1 giờ đến 2 giờ để sản phẩm kết tủa hoàn toàn. Muối L-glufosinat amoni kết tủa được lọc và rửa bằng 70g metanol để tạo ra 40g muối L-glufosinat amoni. Hiệu suất: 70,6%; Độ tinh khiết theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC): 98,9%.

Ví dụ 6: Điều chế muối L-glufosinat amoni

350g (1,29mol) muối L-glufosinat hydroclorua được tạo huyền phù trong 2700g metanol (theo tỷ lệ trọng lượng 1:7,7) ở nhiệt độ 30°C. Huyền phù này được sục khí amoniac khô (54,6g, 3,19 mol) cho đến khi độ pH của dung dịch đạt đến khoảng 7,9 đến 8,5 và hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua. Lúc đó, khối lượng phản ứng được làm nóng đến và được duy trì ở nhiệt độ 65°C đến 70°C cho đến khi muối L-glufosinat amoni bắt đầu kết tủa ra (4 giờ đến 6 giờ). Tiếp đó, phản ứng khối lượng được làm nguội đến 30°C và được để trong thời gian 1 giờ đến 2 giờ để sản phẩm kết tủa hoàn toàn. Muối L-glufosinat amoni kết tủa được lọc và rửa bằng 290g metanol để tạo ra 209g muối L-glufosinat amoni. Hiệu suất 80%; Độ tinh khiết theo phương pháp sắc ký lỏng cao áp (HPLC) 97,4%; L-glufosinat: 0,1%; muối L-glufosinat hydroclorua <0,05%, Hình 2. Tỷ lệ giữa L-glufosinat so với amoni (theo trọng lượng)- 9,90: 1.

Ví dụ 7: Điều chế muối L-glufosinat amoni

350g (1,29mol) muối L-glufosinat hydroclorua được tạo huyền phù trong 2450g metanol (theo tỷ lệ trọng lượng 1:7) ở nhiệt độ 30°C. Huyền phù này được sục khí amoniac khô (68g, 2,5 đương lượng) cho đến khi độ pH của dung dịch đạt đến khoảng 7,9 đến 8,5 và hòa tan hoàn toàn muối L-glufosinat hydroclorua. Lúc đó, khối lượng phản ứng được làm nóng đến và được duy trì ở nhiệt độ 65°C đến 70°C cho đến khi muối L-glufosinat amoni bắt đầu kết tủa ra (4 giờ đến 6 giờ). Tiếp đó, phản ứng khối lượng được làm nguội đến 30°C và được để trong thời gian 1 giờ đến 2 giờ để sản phẩm kết tủa hoàn toàn. Muối L-glufosinat amoni kết tủa được lọc và rửa bằng 290g metanol để tạo ra 262g muối L-glufosinat amoni. Hiệu suất 92,5%; tỷ lệ không đối xứng 98,7:1,3; tỷ lệ giữa L-glufosinat so với amoni (theo trọng lượng)- 9,60: 1.

Mẫu được thử sau giai đoạn 50 ngày và tỷ lệ giữa L-glufosinat so với amoni (theo trọng lượng) được phát hiện là 9,61: 1.

Các chế phẩm

Ví dụ 8: Chế phẩm lỏng đặc dễ hòa tan chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni điều chế được theo bản mô tả này được thể hiện dưới đây:

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối L-glufosinat amoni	13,5
Alkyl glucamit	5
Natri lauryl ete sulfat	20
Glycol ete (dung môi)	3
Kali clorua	5
Nước	vừa đủ
Tổng cộng	100

Ví dụ 9: Chế phẩm hạt dễ phân tán trong nước chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni được thể hiện dưới đây:

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối L-glufosinat amoni	50
Rượu etoxylat	7
Metyl palmitat/oleat	7
Polyvinylpyrrolidon	0,5
Kali clorua	3
Natri alkyl sulfat	6
Hexametylentetramin	5
Amoni sulfat	vừa đủ
Tổng cộng	100

Ví dụ 10: Chế phẩm hạt dễ phân tán trong nước chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni được thể hiện dưới đây:

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối L-glufosinat amoni	50
Rượu etoxylat	6
Metyl palmitat/oleat	2,5
Kali clorua	5
Natri alkyl sulfat	8
Hexametylentetramin	1
Amoni sulfat	vừa đủ
Tổng cộng	100

Ví dụ 11: Chế phẩm hạt dễ phân tán trong nước chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni được thể hiện dưới đây:

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối L-glufosinat amoni	26
hỗn hợp metyl palmitat/oleat metyl este	2,5
silic đioxit	3
Hexametylentetramin	1

Rượu etoxylat	6
Natri alkyl sulfat	8
Kali clorua	5
Amoni sulfat	48
Polydimetyl siloxan	0,5

Ví dụ 12: Chế phẩm hạt dễ phân tán trong nước chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni được thể hiện dưới đây:

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối L-glufosinat amoni	26
hỗn hợp metyl palmitat/oleat metyl este	2,5
Magie clorua	20
silic đioxit	3
Hexametylentetramin	1
Rượu etoxylat	6
Natri alkyl sulfat	8
Kali clorua	5
Polydimetyl siloxan	0,5
Amoni sulfat	28
Tổng cộng	100

Ví dụ 13: Chế phẩm hạt dễ phân tán trong nước chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni được thể hiện dưới đây

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối L glufosinat amoni	26
Magie clorua	20
Silic đioxit	3
Hexametylentetramin	1
Phosphat este	8
Natri alkyl sulfat	8

Kali clorua	5
Polydimetyl siloxan	0,5
Amoni sulfat	28,5

Ví dụ 14: Chế phẩm hạt dễ phân tán trong nước chứa muối glufosinat amoni triệt quang được thể hiện dưới đây (ví dụ so sánh)

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối glufosinat amoni	52,1
metyl palmitat/oleat	2,5
Silic đioxit	3
Hexametylentetramin	1
Rượu etoxylat	6
Natri alkyl sulfat	8
Kali clorua	5
Polydimetyl siloxan	0,5
Amoni sulfat	21,9

Ví dụ 15: Chế phẩm hạt dễ phân tán trong nước chứa muối glufosinat amoni triệt quang được thể hiện dưới đây (ví dụ so sánh)

Các thành phần	Lượng (% trọng lượng)
Muối glufosinat amoni	52,1
Silic đioxit	3
Magie clorua	20
Hexametylentetramin	1
Phosphat este	8
Natri alkyl sulfat	8
Kali clorua	5
Polydimetyl siloxan	0,5
Amoni sulfat	2,4

Dữ liệu về hiệu quả ở thử nghiệm trên cánh đồng:

Các thử nghiệm trên cánh đồng được thực hiện bằng cách sử dụng chế phẩm hạt để phân tán trong nước chứa dạng tinh thể I của muối L-glufosinat amoni điều chế được theo bản mô tả này làm chất diệt cỏ phổ rộng. Các chế phẩm được phân tán với nước và tùy ý với các chất phụ trợ khác trộn trong thùng và được dùng theo tỷ lệ dùng nước 300 l/ha đến 600 l/ha đối với đất trồng cây lưu niên và không lưu niên bao gồm nhiều cỏ lá rộng, bãi cỏ và cây lách.

Các tác giả sáng chế đã thực hiện các thử nghiệm trên cánh đồng bằng cách sử dụng các mẫu điều chế được theo Ví dụ 11 (mẫu 1), Ví dụ 12 (mẫu 2) và Ví dụ 13 (mẫu 3) với liều 250g hoạt chất mỗi hecta. Sau khi xử lý bằng cách sử dụng các chế phẩm này, hiện tượng úa vàng tiếp theo là chết cỏ được quan sát thấy thể hiện hiệu quả sinh học của các chế phẩm mới này. Các quan sát tại thời điểm 4 ngày và 14 ngày sau khi dùng được tổng kết trong các bảng dưới đây. Các mẫu so sánh được điều chế theo Ví dụ 14 (mẫu 4) và Ví dụ 15 (mẫu 5) và các thử nghiệm được thực hiện ở liều 500g hoạt chất/hecta. Chi tiết về các thử nghiệm được thể hiện dưới đây.

Bảng 1:

Cây trồng:	Nho
Cỏ đích:	Amaranthus Viridis, Parthenium hysterophorus, Euphorbia Hirta, Euphorbia Hyperceifolia và Echinocloa Colonum
Thể tích nước:	600 l/ha
Vòi:	Flat Fan Nozzle

Bảng 2: % kiểm soát cỏ tại thời điểm 4 ngày sau khi dùng

Mẫu	<i>Amaranthus viridis</i>	<i>Parthenium hysterophorus</i>	<i>Euphorbia hirta</i>	<i>Euphorbia hyperceifolia</i>	<i>Echinocloa colonum</i>
Mẫu 1	42,5	42,5	32,5	30,0	25,0
Mẫu 2	40,0	42,5	27,5	27,5	-
Mẫu 3	40,0	42,5	27,5	27,5	30,0
Mẫu 4	40,0	35,0	30,0	25,0	25,0
Mẫu 5	40,0	40,0	30,0	30,0	25,0

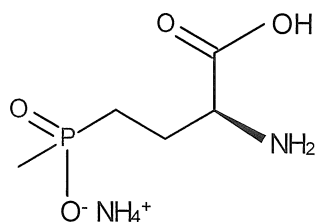
Bảng 3: % kiểm soát cỏ tại thời điểm 14 ngày sau khi dùng

Xử lý	<i>Amaranthus viridis</i>	<i>Parthenium hysterophorus</i>	<i>Euphorbia hirta</i>	<i>Euphorbia hyperceifolia</i>	<i>Echinocloa</i>
Mẫu 1	72,5	72,5	50,0	47,5	40,0
Mẫu 2	67,5	70,0	50,0	47,5	-
Mẫu 3	65,0	72,5	47,5	47,5	40,0
Mẫu 4	65,0	72,5	47,5	45,0	40,0
Mẫu 5	67,5	70,0	47,5	47,5	40,0

Từ bảng trên, thấy rõ rằng các chế phẩm theo sáng chế này thể hiện tác dụng kiểm soát cỏ chấp nhận được đối với các loại cỏ bèn khác nhau. Cũng lưu ý thấy rằng hiệu năng của các chế phẩm theo sáng chế ở một nửa liều lượng ít nhất là bằng, và trong nhiều trường hợp, vượt số đo mức kiểm soát cỏ so với các chế phẩm glufosinat amoni triet quang. Do đó, kết luận rằng các chế phẩm theo sáng chế rất hiệu quả và loại bỏ việc sử dụng chất đồng phân D vô hoạt của glufosinat, nhờ đó khiến các chế phẩm này thân thiện về mặt môi trường và dễ bị vi sinh vật phân hủy.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni mà là hợp chất có công thức (I)



Công thức (I)

đặc trưng bởi một hoặc nhiều trong số

mô hình nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X có các đỉnh ở 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3 độ $2\theta \pm 0,2$ độ 2θ ;

mô hình nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X có ít nhất là ba đỉnh được chọn từ nhóm gồm 9,0, 11,6, 13,1, 14,1, 17,6, 18,2, 18,9, 19,5, 22,4, 23,4, 26,0, 31,1, 33,3 và 36,3 độ $2\theta \pm 0,2$ độ 2θ ;

mô hình nhiễu xạ đồ của bột nhờ tia X cơ bản như được thể hiện trên hình 1;

biểu đồ nhiệt vi phân quét đo nhiệt lượng có ít nhất là hai hiện tượng nhiệt đặc trưng trong khoảng 65°C đến 115°C, 185°C đến 210°C và 210°C đến 235°C;

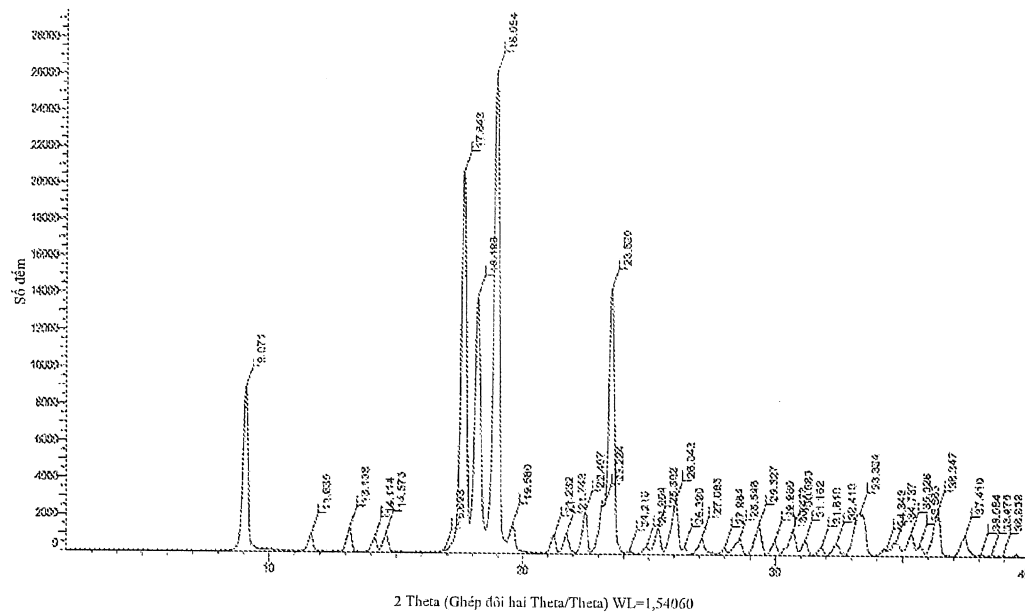
biểu đồ nhiệt vi phân quét đo nhiệt lượng cơ bản như được thể hiện trên hình 2; và tổ hợp chúng.

2. Dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni theo điểm 1, trong đó tỷ lệ giữa L-glufosinat và amoni nằm trong khoảng 9,5 đến 11: 1.
3. Dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni theo điểm 1 mà hầu như không chứa muối cộng axit của L-glufosinat và/hoặc L-glufosinat.
4. Dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni theo điểm 1 có phân bố cỡ hạt trung bình theo thể tích D50 thấp hơn hoặc bằng 250 micron.
5. Muối L-glufosinat amoni theo điểm 4 có phân bố cỡ hạt trung bình theo thể tích D50 nằm trong khoảng từ 10 micron đến 175 micron.

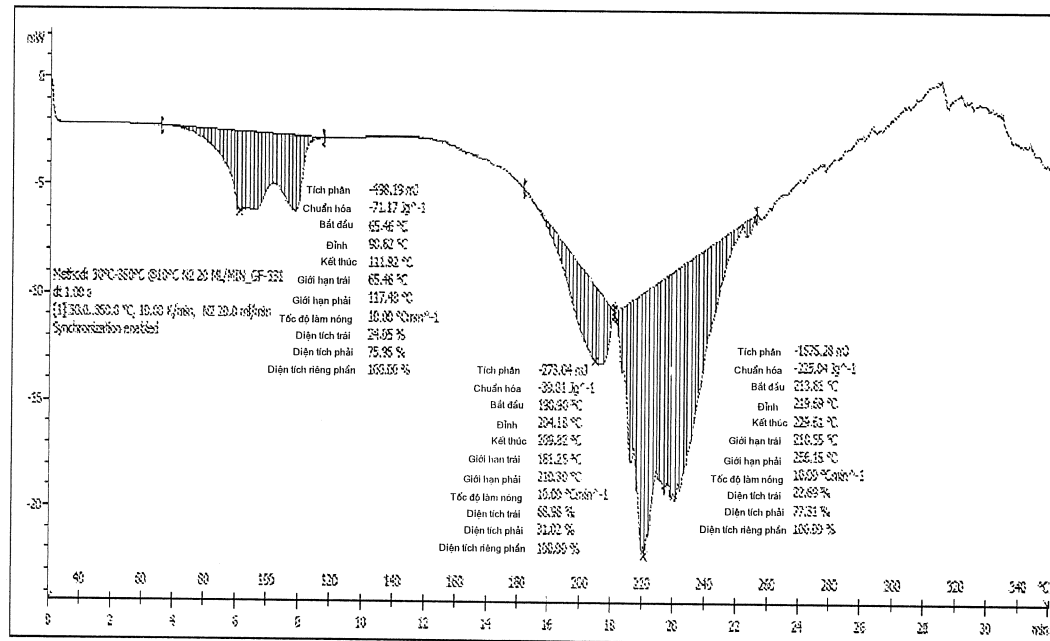
6. Chế phẩm hóa nông chứa:
 - i) dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni theo điểm 1; và
 - ii) một hoặc nhiều phụ gia chấp nhận được về mặt hóa nông.
7. Chế phẩm hóa nông theo điểm 6, trong đó chế phẩm này chứa dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 99% trọng lượng của chế phẩm này.
8. Chế phẩm hóa nông theo điểm 6, trong đó chế phẩm này ở dạng chế phẩm rắn.
9. Chế phẩm hóa nông theo điểm 6, trong đó chế phẩm này còn chứa một hoặc nhiều hoạt chất.
10. Chế phẩm hóa nông theo điểm 9, trong đó một hoặc nhiều hoạt chất là chất diệt cỏ.
11. Phương pháp kiểm soát sự sinh trưởng không mong muốn của thực vật bao gồm việc dùng cho thực vật hoặc vị trí của chúng dạng tinh thể của muối L-glufosinat amoni theo điểm 1.
12. Phương pháp kiểm soát sự sinh trưởng không mong muốn của thực vật, trong đó phương pháp này bao gồm dùng cho thực vật hoặc vị trí của chúng chế phẩm hóa nông theo điểm 6.

1/4

Hình 1

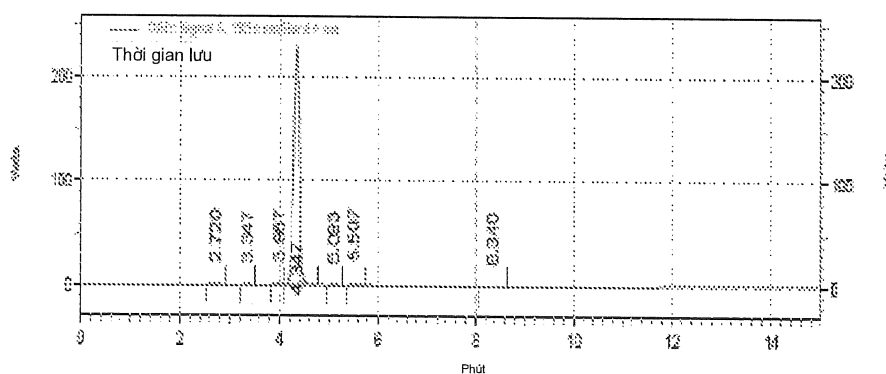


Hình 2



2/4

Hình 3



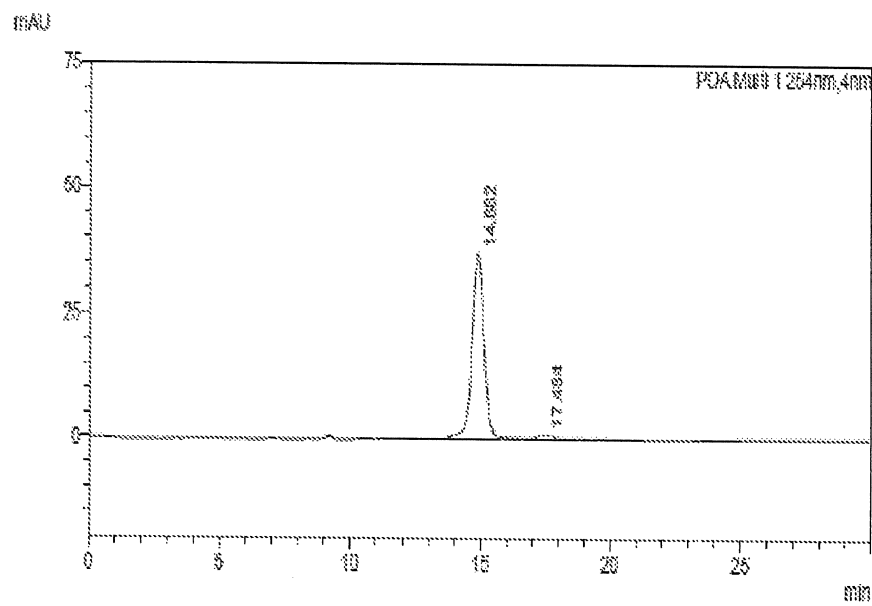
DAD: Tín hiệu A,

195.0 nm, Flow: 1.0

Kết quả

Thời gian lưu	Diện tích	% Diện tích	Chiều cao	% Chiều cao
2.720	1963494	0.80	246346	0.77
3.347	414332	0.17	64806	0.20
3.987	2506661	1.02	339085	1.06
4.347	236663285	95.92	30740312	96.40
5.093	468062	0.20	59645	0.19
5.507	4021777	1.63	400629	1.26
8.340	641912	0.26	16026	0.11
Tổng	246713543	100.00	31687349	100.00

3/4

Hình 4: Sắc ký lỏng cap áp không đối xứng sắc phổ của ví dụ 3

<Bảng định>

PDA Ch1 254nm

Dinh#	Thời gian lưu	Diện tích	% Diện tích
1	14.882	1188551	97.05
2	17.484	36118	2.95
Total		1224669	100.00

Hình 5

