



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

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

(11) 
1-0020202

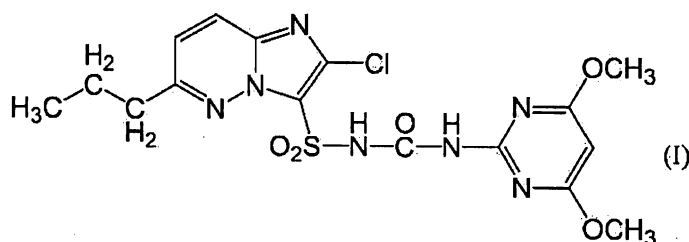
(51)⁷ **C07D 487/04**

(13) **B**

(21) 1-2011-03591 (22) 23.12.2011
(30) 2010-289619 27.12.2010 JP
(45) 25.12.2018 369 (43) 25.07.2012 292
(73) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED (JP)
27-1, Shinkawa 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 104-8260 Japan
(72) YANAGISAWA, Yu (JP), KAMO, Daisaku (JP)
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) **CHẾ PHẨM HUYỀN PHÙ CHỨA HYDRAT CỦA HỢP CHẤT
SUNPHONYLURE VÀ QUY TRÌNH SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm huyền phù chứa hydrat của hợp chất
sunphonylure có công thức (I):



có hoạt tính diệt cỏ và quy trình sản xuất chế phẩm này.

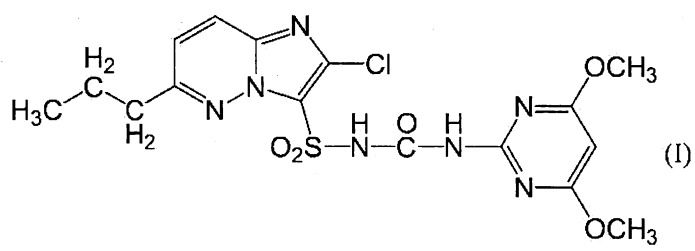
Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hydrat của hợp chất sunphonylure có hoạt tính diệt cỏ, quy trình sản xuất hydrat này, chế phẩm huyền phù chứa hydrat này và quy trình sản xuất chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gần đây, có nhu cầu đối với chế phẩm mà cho phép hợp chất diệt cỏ được phun theo cách đơn giản hơn để phòng trừ cỏ dại do lượng người làm nông nghiệp già hóa và giảm bớt và tương tự. Đối với hợp chất diệt cỏ rắn và ít hòa tan trong nước, ví dụ, chế phẩm huyền phù chứa hợp chất này, có thể được phun trực tiếp từ bờ ruộng vào cánh đồng lúa dưới điều kiện tưới ngập, đã được phát triển để ứng dụng trong thực tiễn.

EP 1466527 A1 mô tả hợp chất sunphonylure có công thức (I):



có hoạt tính diệt cỏ và chế phẩm huyền phù chứa hợp chất này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Trong chế phẩm huyền phù chứa hợp chất diệt cỏ, hợp chất diệt cỏ thường được tạo huyền phù trong nước. Chế phẩm huyền phù này có thể được sản xuất, thông thường, bằng cách trộn hợp chất diệt cỏ được nghiền mịn, rắn và ít hòa tan trong nước, chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt và nước, và, nếu cần, chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp.

Xét về tính ổn định của chế phẩm như tính ổn định huyền phù, hoạt tính diệt cỏ, khả năng phun và tương tự thì có lợi nếu các hạt rắn mà bao gồm hợp

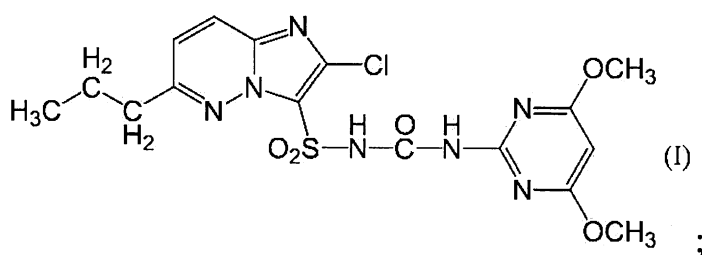
chất diệt cỏ trong chế phẩm huyền phù có cỡ hạt nhỏ (khoảng 10µm hoặc nhỏ hơn) ngay sau khi sản xuất chế phẩm huyền phù cũng như khi sử dụng chế phẩm huyền phù sau khi bảo quản.

Trong chế phẩm huyền phù chứa hợp chất sunphonylure có công thức (I), các hạt rắn bao gồm hợp chất sunphonylure thường có xu hướng gia về kích cỡ (nghĩa là, cỡ hạt của nó có xu hướng tăng lên) trong chế phẩm huyền phù trong thời gian bảo quản. Nếu chế phẩm huyền phù sau khi bảo quản được dùng thì đôi khi gặp phải vấn đề như (i) các hạt rắn làm tắc vòi của dụng cụ phun được sử dụng, (ii) không thu được hoạt tính diệt cỏ một cách đầy đủ, và (iii) lượng lớn chất kết tủa tạo thành sau thời gian bảo quản lâu dài.

Trong các trường hợp này, các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu chuyên sâu và cuối cùng đã phát hiện ra dạng mới của hợp chất sunphonylure mà có thể làm cho các hạt rắn bao gồm hợp chất sunphonylure khó gia tăng về kích cỡ trong chế phẩm huyền phù, nhờ đó hoàn thành sáng chế.

Cụ thể là, sáng chế đề xuất:

1. Hydrat (sau đây đôi khi được gọi là "hydrat theo sáng chế") của hợp chất sunphonylure có công thức (I) (sau đây đôi khi được gọi là "hợp chất theo sáng chế"):



2. Hydrat theo điểm 1 trên đây, trong đó hydrat này là hemihydrat (sau đây đôi khi được gọi là "hemihydrat theo sáng chế");

3. Chế phẩm huyền phù (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù theo sáng chế") có thể thu được bằng cách trộn hydrat theo điểm 1 hoặc 2 trên đây, chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt và nước;

4. Chế phẩm huyền phù có thể thu được bằng cách trộn hydrat theo điểm 1 hoặc

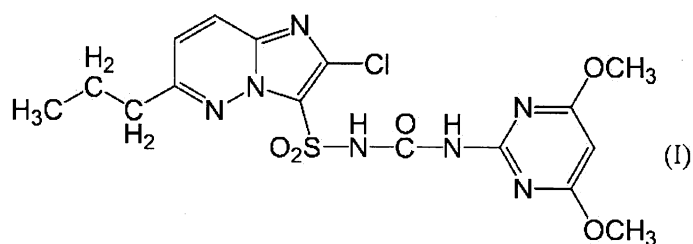
2 trên đây, chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt, chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp và nước.

Ưu điểm của sáng chế

Theo sáng chế, dạng mới của hợp chất sunphonylure có công thức (I) (nghĩa là, hợp chất theo sáng chế), có thể làm cho các hạt rắn bao gồm hợp chất theo sáng chế khó gia tăng về kích cỡ trong chế phẩm huyền phù chứa hợp chất theo sáng chế, và chế phẩm huyền phù có tính ổn định tốt hơn sao cho sự tăng về kích cỡ của hạt rắn bao gồm hợp chất theo sáng chế (nghĩa là, tăng cỡ hạt) khó xảy ra trong chế phẩm huyền phù trong thời gian bảo quản, có thể thu được.

Mô tả chi tiết sáng chế

Hydrat theo sáng chế đề cập đến hydrat của hợp chất sunphonylure có công thức (I) (nghĩa là, hợp chất theo sáng chế):



Các ví dụ được ưu tiên về hydrat bao gồm hemihydrat (nghĩa là, 1/2 hydrat).

Hydrat theo sáng chế có thể là trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất sunphonylure có công thức (I) (nghĩa là, hợp chất theo sáng chế). Các ví dụ được ưu tiên về hỗn hợp này bao gồm hỗn hợp chứa hydrat theo sáng chế (tốt hơn là, hầu như chỉ bao gồm hemihydrat theo sáng chế) với lượng không nhỏ hơn 0,2% trọng lượng dựa trên tổng lượng hỗn hợp, và được ưu tiên hơn là hỗn hợp chứa hydrat theo sáng chế (tốt hơn là, hầu như chỉ bao gồm hemihydrat theo sáng chế) với lượng không nhỏ hơn 0,8% trọng lượng dựa trên tổng lượng hỗn hợp này. Giới hạn trên của tỷ lệ của hydrat theo sáng chế không bị giới hạn một cách đặc biệt, nhưng có thể không lớn hơn 100% trọng lượng dựa trên tổng lượng hỗn hợp.

Ngoài ra, hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế bao gồm các tinh thể bao gồm nonhydrat của hợp chất theo sáng chế và hydrat theo sáng chế (tốt hơn là, hemihydrat theo sáng chế).

Hydrat theo sáng chế có thể được sản xuất bằng cách trộn nonhydrat của hợp chất sunphonylure có công thức (I) (nghĩa là, hợp chất theo sáng chế) và nước và sau đó khuấy hỗn hợp thu được (sau đây đôi khi được gọi là "quy trình sản xuất số 1 theo sáng chế").

Ngoài ra, hydrat theo sáng chế có thể được sản xuất bằng cách hòa tan nonhydrat của hợp chất sunphonylure có công thức (I) (nghĩa là, hợp chất theo sáng chế) trong dung môi hữu cơ chứa nước và sau đó làm kết tinh lại hỗn hợp để thu được tinh thể (sau đây đôi khi được gọi là "quy trình sản xuất số 2 theo sáng chế").

Trong quy trình sản xuất số 1 theo sáng chế 1, hydrat theo sáng chế có thể thu được, ví dụ, (a) bằng cách trộn nonhydrat của hợp chất theo sáng chế với nước và sau đó khuấy hỗn hợp thu được và (b) cho hỗn hợp này vào kết tinh lại và sau đó thu tinh thể được kết tủa bằng cách lọc và làm khô phần thu được dưới áp suất giảm.

Nhiệt độ khuấy "hỗn hợp gồm nonhydrat của hợp chất theo sáng chế và nước" (nhiệt độ khuấy) trong quy trình sản xuất số 1 theo sáng chế, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5°C đến 95°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20°C đến 60°C.

Thời gian khuấy "hỗn hợp gồm nonhydrat của hợp chất theo sáng chế và nước" (thời gian khuấy) trong quy trình sản xuất số 1 theo sáng chế, ví dụ, là 7 ngày hoặc lâu hơn. Quy trình này là thích hợp, ví dụ, khi sản xuất hydrat theo sáng chế (tốt hơn là, hemihydrat theo sáng chế) trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế.

Ngoài ra, quy trình sản xuất trong đó thời gian khuấy được đặt không ít hơn 14 ngày là thích hợp, ví dụ, khi sản xuất hydrat theo sáng chế về căn bản là chỉ bao gồm hemihydrat theo sáng chế, mà không phải là trong hỗn hợp với

nonhydrat của hợp chất theo sáng chế.

Lượng “nước” được sử dụng trong quy trình sản xuất số 1 theo sáng chế tốt hơn là lượng không gây ra trục trặc bất kỳ trong khi khuấy hỗn hợp, và, ví dụ là nằm trong khoảng từ 10mL đến 100mL, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10mL đến 60 mL, tương ứng với 1g nonhydrat của hợp chất theo sáng chế.

Trong quy trình sản xuất số 1 theo sáng chế, hydrat theo sáng chế có thể được sản xuất trong thời gian ngắn hơn bằng cách bổ sung hydrat theo sáng chế được tạo ra một cách riêng rẽ như tinh thể dạng hạt và hỗn hợp gồm nonhydrat của hợp chất theo sáng chế với nước và sau đó khuấy hỗn hợp. Lượng "hydrat theo sáng chế được sản xuất một cách riêng rẽ" được bổ sung như tinh thể dạng hạt tốt hơn là không ít hơn 8 phần trọng lượng so với 92 phần trọng lượng của nonhydrat của hợp chất theo sáng chế.

Trong quy trình sản xuất số 2 theo sáng chế, hydrat theo sáng chế có thể thu được, ví dụ, (a) bằng cách trộn nonhydrat của hợp chất theo sáng chế với dung môi hữu cơ chứa nước, và sau đó khuấy hỗn hợp thu được để hòa tan nonhydrat trong dung môi hữu cơ, (b) làm lạnh bằng nước đá dung dịch được làm nguội và (c) cho dung dịch này vào kết tinh lại và sau đó thu tinh thể kết tủa bằng cách lọc và làm khô tinh thể thu được dưới áp suất giảm.

Tốt hơn là, quy trình sản xuất số 2 có thể bao gồm (a) trộn nonhydrat của hợp chất theo sáng chế với dung môi hữu cơ chứa nước, và sau đó khuấy hỗn hợp thu được có làm ấm để hòa tan nonhydrat trong dung môi hữu cơ và để dung dịch thu được nguội ở nhiệt độ phòng, (b) làm lạnh bằng nước đá dung dịch được làm nguội và (c) cho dung dịch này vào kết tinh lại và sau đó thu tinh thể kết tủa bằng cách lọc và làm khô tinh thể thu được dưới áp suất giảm.

Trong bước (a), sau khi trộn nonhydrat của hợp chất theo sáng chế với dung môi hữu cơ chứa nước, nhiệt độ "khuấy hỗn hợp thu được để hòa tan nonhydrat trong dung môi hữu cơ" (nhiệt độ khuấy) là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 60°C đến 80°C.

Trong bước (a), sau khi trộn nonhydrat của hợp chất theo sáng chế với dung môi hữu cơ chứa nước, thời gian "khuấy hỗn hợp thu được để hòa tan nonhydrat trong dung môi hữu cơ" (thời gian khuấy) là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 1 đến 2 giờ.

"Dung môi hữu cơ" được sử dụng trong quy trình sản xuất số 2 theo sáng chế bao gồm, ví dụ, dung môi hữu cơ ưa nước và tương tự. Các ví dụ được ưu tiên của nó bao gồm tetrahydrofuran (THF), axetonitril, metanol, etanol, dimetylsunphoxit, t-butanol, rượu isopropyl và tương tự và các ví dụ được ưu tiên hơn bao gồm tetrahydrofuran (THF), axetonitril và tương tự.

"Dung môi hữu cơ chứa nước" được sử dụng trong quy trình sản xuất số 2 theo sáng chế bao gồm, ví dụ, dung môi có hàm lượng nước không nhỏ hơn 1 phần trọng lượng so với 99 phần trọng lượng dung môi hữu cơ. Các ví dụ cụ thể của nó bao gồm tetrahydrofuran chứa nước có hàm lượng nước khoảng 1% trọng lượng, axetonitril chứa nước có hàm lượng nước khoảng 15% trọng lượng và tương tự.

Lượng "dung môi hữu cơ chứa nước" được sử dụng trong quy trình sản xuất số 2 theo sáng chế có thể là, ví dụ lượng có thể hòa tan hợp chất theo sáng chế và tạo kết tủa tinh thể bằng cách kết tinh lại. Cụ thể là, khi tetrahydrofuran hoặc axetonitril được sử dụng làm dung môi hữu cơ, có lượng là, ví dụ nằm trong khoảng từ 10mL đến 25mL tương ứng với 1g nonhydrat của hợp chất theo sáng chế.

Trong quy trình sản xuất số 2 theo sáng chế, hydrat theo sáng chế có thể được sản xuất trong thời gian ngắn hơn bằng cách bổ sung hydrat theo sáng chế được sản xuất riêng rẽ như tinh thể dạng hạt vào hỗn hợp gồm nonhydrat của hợp chất theo sáng chế với dung môi hữu cơ chứa nước, khuấy hỗn hợp để hòa tan nonhydrat trong dung môi hữu cơ, để dung dịch này nguội ở nhiệt độ phòng và sau đó làm lạnh bằng nước đá dung dịch được làm nguội. Lượng được ưu tiên của "hydrat theo sáng chế được sản xuất riêng rẽ" được bổ sung vào như

tinh thể dạng hạt, ví dụ, là không ít hơn 8 phần trọng lượng so với 92 phần trọng lượng nonhydrat của hợp chất theo sáng chế.

Trong sản xuất hydrat theo sáng chế, việc biến đổi từ nonhydrat của hợp chất theo sáng chế thành hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) có thể được kiểm soát bằng nhiều phương pháp phân tích khác nhau như phân tích quang phổ hấp thụ tia hồng ngoại, xác định hàm lượng nước, phân tích nhiệt, phân tích nhiễu xạ bột tia X và tương tự.

Cụ thể là, ví dụ, khi "tăng kích cỡ của đỉnh tương ứng với phân tử nước" hoặc "thay đổi đỉnh" trong mẫu thử nghiệm được quan sát bằng phân tích quang phổ hấp thụ tia hồng ngoại hoặc "tăng hàm lượng nước" trong mẫu thử nghiệm được quan sát bằng phân tích hàm lượng nước mà có tham chiếu đến nonhydrat của hợp chất theo sáng chế làm mẫu đối chứng thì biết được rằng nonhydrat của hợp chất theo sáng chế đã được biến đổi thành hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế).

Đối với phân tích nhiệt, khi đỉnh thu nhiệt được phát hiện ở vùng lân cận 136°C và việc giảm trọng lượng được xác định, ví dụ, bằng phân tích nhiệt trọng (TG)/phân tích nhiệt vi sai (DTA), biết được rằng nonhydrat của hợp chất theo sáng chế đã được biến đổi thành hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế).

Khi đỉnh như $2\theta = 9,6^\circ, 11,0^\circ$ được phát hiện bằng phân tích nhiễu xạ bột tia X (Cu-K α) thì biết được rằng nonhydrat của hợp chất theo sáng chế đã được biến đổi thành hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế).

Anhydrat của hợp chất sunphonylure có công thức (I) được sử dụng để sản xuất hydrat theo sáng chế được tạo thành, ví dụ bằng phương pháp như được mô tả trong các đoạn [0173] và [0174] của EP 1466527 A1 (hợp chất số 36).

Sau đây, chế phẩm huyền phù theo sáng chế sẽ được giải thích.

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể thu được bằng cách trộn hydrat theo sáng chế, chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt và nước, và, nếu cần, chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp. Cụ thể là, chế phẩm huyền phù theo sáng chế là chế phẩm diệt cỏ thu được bằng cách phân tán hoặc hòa tan hydrat theo sáng chế, chất làm đặc và chất hoạt động bề mặt, và, nếu cần, chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp trong nước.

Trong chế phẩm huyền phù, hạt rắn bao gồm hợp chất theo sáng chế được phân tán trong nước ở dạng hạt mịn. Cỡ hạt trung bình của hạt mịn là, ví dụ, không lớn hơn $10\mu\text{m}$, tốt hơn là nằm trong khoảng từ $0,2\mu\text{m}$ đến $5\mu\text{m}$.

Khi hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế thì lượng hydrat theo sáng chế trong hỗn hợp là, ví dụ, không nhỏ hơn 0,2% trọng lượng và nhỏ hơn 100% trọng lượng tương ứng với lượng nonhydrat của hợp chất theo sáng chế. Cụ thể là, tỷ lệ (tỷ lệ trọng lượng) của nonhydrat của hợp chất theo sáng chế so với hydrat theo sáng chế là, ví dụ nằm trong khoảng từ 99,8:0,2 đến 0:100, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 99,2:0,8 đến 0:100.

Hàm lượng hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 40% trọng lượng.

Hàm lượng chất làm đặc trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,01% trọng lượng đến 5% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 3% trọng lượng.

Hàm lượng chất hoạt động bề mặt trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến 10% trọng lượng.

Hàm lượng nước trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, nằm

trong khoảng từ 30% trọng lượng đến 90% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50% trọng lượng đến 80% trọng lượng.

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể chứa các hợp chất trừ sâu khác, ngoài hợp chất trừ sâu được bao gồm trong hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế). Các ví dụ về "hợp chất trừ sâu khác" bao gồm simetryn, dymron, propanil, mefenaset, phentolazamit, ethobenzanil, swep, oxadiclefomefon, oxadiazolon, pyrazolat, prodiamin, cafenstrol, pentoxazon, clomeprop, pyriphthalit, benzobixyclon, bromobutit, pyracilonil, imazosulfuron, sulfosulfuron và tương tự.

Khi "hợp chất trừ sâu khác" được chứa trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế thì lượng tất cả hợp chất trừ sâu trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế [nghĩa là, tổng lượng hợp chất trừ sâu được chứa trong hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) và "hợp chất trừ sâu khác "] là, ví dụ, từ 0,5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, tốt hơn là 1% trọng lượng đến 40% trọng lượng.

Các ví dụ về chất làm đặc được sử dụng trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế bao gồm gồm xanthan, gồm guar, gồm Ả-rập, casein, dextrin, carboxymetyl xenluloza hoặc muối của nó (ví dụ, muối natri, muối canxi, v.v), tinh bột natri carboxymetyl, natri alginat, hydroxyetyl xenluloza, carboxyetyl xenluloza, metyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, hydroxyetyl xenluloza, rượu polyvinyl, axit polyacrylic hoặc dẫn xuất của nó, montmorillonit, bột tan, saponit và tương tự.

Theo sáng chế, carboxymetyl xenluloza thường được sử dụng ở dạng muối. Muối carboxymetyl xenluloza được ưu tiên được sử dụng trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế bao gồm, ví dụ, các muối có độ nhớt tương đối thấp khi được hòa tan trong nước, đặc biệt là độ nhớt nằm trong khoảng từ 10 mPa·s đến 100 mPa·s (máy đo độ nhớt loại B, 60 vòng/phút, 25°C) trong 2% trọng lượng dung dịch trong nước.

Các ví dụ thông thường về muối carboxymetyl xenluloza bao gồm muối hiện có bán trên thị trường, như CELLOGEN 6A (do Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. sản xuất), CELLOGEN 7A (do Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. sản xuất), CMC DAICEL 1110 (do Daicel Chemical Industry, Ltd. sản xuất) và CMC DAICEL 1210 (do Daicel Chemical Industry, Ltd. sản xuất).

Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt được sử dụng trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế bao gồm chất hoạt động bề mặt anion như muối của axit polyoxyetylen arylphenyl ete phosphoric (ví dụ, NEWKALGEN FS-3EG, NEWKALGEN FS-3PG, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất), muối của axit alkylsulfuric (ví dụ, MONOGEN Y-500, do Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. sản xuất), muối của axit polyoxyetylen arylphenyl eter sulfuric (ví dụ, AGRISOL FL-2017, do Kao Corporation sản xuất), muối của axit polyoxyalkylen arylphenyl ete sulfuric (ví dụ, NEWKALGEN FS-7, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất), muối của axit dioctylsulfosuccinic (ví dụ, NEOCOL YSK: do Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. sản xuất, SANMORIN OT70: do Sanyo Chemical Industries, Ltd. sản xuất), và tương tự; và chất hoạt động bề mặt không ion như este của axit béo sucroza (ví dụ, NEWKALGEN FS-100, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất), polyme khối polyoxyetylen polyoxypropylen (ví dụ, NEWPOL PE68: do Sanyo Chemical Industries, Ltd. sản xuất), polyoxyalkylen polyalkylen polyamin (ví dụ, NEWKALGEN D-3020, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất), polyoxyetylen alkylphenyl ete (ví dụ, NEWKALGEN D-410, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất), chất ngưng tụ polyoxyetylen aryl phenyl ete formaldehyt (ví dụ, NEWKALGEN E-300, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất) và tương tự.

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể chứa hai hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt như được nêu trên đây. Trong trường hợp này, tốt hơn là sử dụng kết hợp của ít nhất là một chất hoạt động bề mặt anion và ít nhất là một chất hoạt

động bề mặt không ion.

Nước được sử dụng trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể là nước được sử dụng đối với chế phẩm diệt cỏ thông thường, ví dụ, nước máy, nước giếng, nước trao đổi ion và tương tự.

Chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp được sử dụng trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế bao gồm các chất chống đóng băng, chất điều chỉnh độ pH, chất chống tạo bọt, chất bảo quản và tương tự.

Các ví dụ về "chất chống đóng băng" bao gồm etylen glycol, dietylen glycol, glyxerin, propylen glycol và tương tự.

Các ví dụ về "chất điều chỉnh độ pH" bao gồm monohydrat của axit xitric, axit sorbic, kali sorbat, và tương tự.

Các ví dụ về "chất chống tạo bọt" bao gồm chất chống tạo bọt nền silicon, và tương tự.

Các ví dụ về "chất bảo quản" bao gồm butylparaben (n-butyl parahydroxybenzoat), axit sorbic, kali sorbat, và tương tự.

Hàm lượng của chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể thay đổi phụ thuộc vào lượng hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) được sử dụng, loại chất hoạt động bề mặt và tương tự.

Hàm lượng chất chống đóng băng trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, từ 1% trọng lượng đến 20% trọng lượng, tốt hơn là từ 3% trọng lượng đến 12% trọng lượng.

Hàm lượng chất điều chỉnh độ pH trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, từ 0,01% trọng lượng đến 5% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,5% trọng lượng đến 3% trọng lượng.

Hàm lượng chất chống tạo bọt trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, từ 0,05% trọng lượng đến 0,5% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,05% trọng lượng đến 0,3% trọng lượng.

Hàm lượng chất bảo quản trong chế phẩm huyền phù theo sáng chế là, ví dụ, từ 0,01% trọng lượng đến 3% trọng lượng, tốt hơn là từ 0,01% trọng lượng đến 1,5% trọng lượng.

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể được điều chế, ví dụ, bằng các quy trình sau đây.

Quy trình điều chế số 1

Quy trình bao gồm trộn hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế), chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt và nước và tùy ý "hợp chất trừ sâu khác" và, nếu cần, chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp và sau đó khuấy kỹ và trộn hỗn hợp, ví dụ, bằng thiết bị khuấy tốc độ cao và nghiền mịn và phân tán hỗn hợp, ví dụ, bằng thiết bị phun bụi nước như dynamill và vi hóa lỏng.

Quy trình điều chế số 2

Quy trình bao gồm nghiền mịn hydrat theo sáng chế (bao gồm hydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) bằng thiết bị phun khô như jetmizer, bổ sung hydrat cùng với các hợp phần khác vào nước, và sau đó khuấy và trộn hỗn hợp, ví dụ, bằng thiết bị khuấy tốc độ cao trong khoảng từ 30 đến 90 phút để phân tán hỗn hợp.

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể được sử dụng bằng cách tự phun hoặc, nếu muốn, sau đó pha loãng với nước, theo các phương pháp đã biết. Ví dụ, chế phẩm huyền phù theo sáng chế có thể được phun trực tiếp từ bờ ruộng vào cánh đồng lúa dưới điều kiện tưới ngập và tương tự. Trong trường hợp này, bình chứa chế phẩm huyền phù theo sáng chế được lắc nhẹ trước khi sử dụng và sau đó chế phẩm được phun theo các phân dọc theo bờ ruộng. Khi chế phẩm huyền phù theo sáng chế được phun sau khi pha loãng với nước, dung dịch pha loãng với nước được phun bằng cách sử dụng các thiết bị phun đã biết lên bề mặt đất, thân hoặc lá hoặc tương tự trong cánh đồng lúa, cánh đồng khô, vườn cây ăn quả, lớp đất có cỏ, cánh đồng không trồng trọt và tương tự. Ngoài

ra, dung dịch pha loãng với nước có thể được sử dụng trong xử lý hạt, xử lý hợp ươm và tương tự.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế còn được mô tả chi tiết hơn dưới đây có viện dẫn các ví dụ. Sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Để phân tích hàm lượng nước, thiết bị xác định hàm lượng nước loại CA-07 (do Mitsubishi Chemical Corporation sản xuất) được sử dụng.

Để phân tích quang phổ hấp thụ tia hồng ngoại, thiết bị đo ảnh phổ tia hồng ngoại biến đổi Fourier, Varian Fast Image 670-IR (do Varian Inc. sản xuất) được sử dụng. Các điều kiện xác định là như sau:

- Máy dò: DTGS
- Quét hình: 32
- Tốc độ quét hình: 5 kHz

Để phân tích nhiệt, TG/DTA6200R (do SII NanoTechnology Inc. sản xuất) được sử dụng.

Để phân tích nhiễu xạ bột tia X (Cu-K α), thiết bị đo nhiễu xạ bột tia X RINT2500V (do Rigaku Corporation sản xuất) được sử dụng. Các điều kiện xác định là như sau:

- Đích: Cu-K α
- Điện áp: 40 kV
- Dòng điện: 300 mA

Để phân tích quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân proton, DPX300 (do Bruker Corporation sản xuất) được sử dụng. Tetrametylsilan được sử dụng làm chất tiêu chuẩn nội tại và tất cả giá trị delta được thể hiện là ppm.

Ví dụ điều chế 1

Bổ sung 2413mL tetrahydrofuran (THF) có hàm lượng nước 1,0% trọng lượng vào 217,8g hợp chất sunphonylure có công thức (I) (nghĩa là, nonhydrat của hợp chất theo sáng chế, sau đây đôi khi được gọi là "mẫu A") được sản xuất

bằng phương pháp được mô tả trong các đoạn [0173] và [0174] của EP 1466527 A1) (Hợp chất số 36). Khuấy hỗn hợp thu được ở 70°C trong 1 giờ để hòa tan mẫu A (nghĩa là, nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) trong THF trên đây. Để dung dịch thu được nguội đến nhiệt độ phòng và sau đó làm lạnh bằng nước đá, dung dịch được làm nguội. Sau khi làm lạnh bằng nước đá, tinh thể được tạo kết tủa bằng cách kết tinh lại được thu bằng cách lọc và làm khô tinh thể thu được dưới áp suất giảm để thu được 121,8g tinh thể được làm khô (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế, sau đây đôi khi được gọi là "mẫu B").

Đối với các mẫu thử nghiệm, mẫu A và mẫu B được cho vào phân tích quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân proton (được gọi là "¹H-NMR" trong bảng 1), phân tích quang phổ hấp thụ tia hồng ngoại (được gọi là "IR" trong bảng 1), xác định hàm lượng nước (được gọi là "hàm lượng nước" trong bảng 1), phân tích nhiễu xạ bột tia X (Cu-K α) (được gọi là "XRD(2 θ)" trong bảng 1), và phân tích nhiệt (được gọi là "TG/DTA" trong bảng 1). Do đó, thu được một số giá trị đặc trưng (xem Bảng 1).

Quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân proton của mẫu A là giống với quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân của mẫu B. Mặt khác, đỉnh tương ứng với phân tử nước trong quang phổ hấp thụ tia hồng ngoại và hàm lượng nước được xác định bằng cách phân tích hàm lượng nước là khác nhau giữa mẫu A và mẫu B.

Mẫu A và mẫu B có các đặc tính khác nhau theo mẫu nhiễu xạ tinh thể bằng phân tích nhiễu xạ bột tia X (Cu-K α).

Hơn nữa, mẫu A và mẫu B là khác nhau trong các đỉnh thu nhiệt được quan sát bằng phân tích nhiệt. Cụ thể là, mẫu B có đỉnh thu nhiệt ở 136°C, ngoài đỉnh thu nhiệt ở 208°C như được quan sát trong mẫu A. TG được giảm 1,9%. Giá trị này là giống với hàm lượng nước theo lý thuyết, 1,9%, khi hợp chất theo sáng chế là hemihydrat. Do đó, cho biết rằng mẫu A ở dạng nonhydrat và mẫu B ở dạng hemihydrat.

Bảng 1

	Mẫu A	Mẫu B
¹ H-NMR (DMSO-d ₆ , δ)	0,70 (3H, t, J = 7,3 Hz), 1,4 - 1,5 (2H, m), 2,6 - 2,7 (2H, m), 3,97 (6H, s), 6,08 (1H, s), 7,57 (1H, d, J = 9,4 Hz), 8,26 (1H, d, J = 9,4 Hz), 10,68 (1H, brs), 13,4 - 13,5 (1H, m)	0,70 (3H, t, J = 7,3 Hz), 1,4 - 1,5 (2H, m), 2,6 - 2,7 (2H, m), 3,97 (6H, s), 6,08 (1H, s), 7,57 (1H, d, J = 9,4 Hz), 8,26 (1H, d, J = 9,4 Hz), 10,68 (1H, brs), 13,4 - 13,5 (1H, m)
IR	3649 cm ⁻¹	3638 cm ⁻¹
Hàm lượng nước	0,06%	1,90%
XRD(2θ)	6,2 8,6 9,1 13,7 15,4	9,6 11,0
TG/DTA	208°C (thu nhiệt)	136°C (thu nhiệt, giảm TG: 1,9%) 208°C (thu nhiệt)

Ví dụ điều chế 2

Thứ nhất, trộn 852mg mẫu A (nghĩa là, nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) với 50mL nước được khử ion và sau đó bắt đầu khuấy hỗn hợp thu được bằng thiết bị khuấy ở nhiệt độ phòng. Hai (2) ngày, 7 ngày và 14 ngày sau khi bắt đầu khuấy, thu mỗi 10mL phần hỗn hợp thu được. Hỗn hợp thu được được đem lọc một cách độc lập, thu tinh thể kết tủa thu được bằng cách kết tinh lại và sau đó làm khô tinh thể thu được dưới áp suất giảm để thu được tinh thể được làm khô. Các tinh thể này được phân thành ba loại phụ thuộc vào thời gian khuấy, nghĩa là, 107mg tinh thể được làm khô (sau đây đôi khi được gọi là "mẫu

C") đối với phần được thu sau 2 ngày, 143mg tinh thể được làm khô (sau đây đôi khi được gọi là "mẫu D") đối với phần được thu sau 7 ngày và 144mg tinh thể được làm khô (sau đây đôi khi được gọi là "mẫu E") đối với phần được thu sau 14 ngày.

Mỗi trong số các mẫu thu được theo cách này được cho vào phân tích nhiễu xạ bột tia X (Cu-K α). Kết quả là, biết được rằng (i) mẫu C là nonhydrat, (ii) mẫu D là hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp của nonhydrat (hỗn hợp gồm hemihydrat và nonhydrat, chứa 9,1% trọng lượng hemihydrat), và (iii) mẫu E là hemihydrat theo sáng chế (hydrat theo sáng chế về căn bản là chỉ bao gồm hemihydrat theo sáng chế).

Một số hemihydrat theo sáng chế trong hỗn hợp với nonhydrat, mà khác với mẫu D như được mô tả trong (ii) trên đây, được thể hiện trong bảng 2 cùng với "ký hiệu mẫu" và "hàm lượng (% trọng lượng) của hemihydrat trong hỗn hợp".

Bảng 2

Ký hiệu mẫu	Hàm lượng (% trọng lượng) của hemihydrat trong hỗn hợp
Mẫu G	7,9
Mẫu H	5,7
Mẫu I	5,6
Mẫu J	0,9
Mẫu K	0,5
Mẫu L	0,3
Mẫu M	0,2

Ví dụ điều chế 3

Hỗn hợp thu được bằng cách trộn 1,8 phần trọng lượng mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế) như được điều chế trong ví dụ điều chế 1, 0,1 phần trọng lượng axit sorbic, 0,3 phần trọng lượng chất chống tạo bọt trên nền silicon (Antifoam E-20, do Kao Corporation sản xuất), 0,5 phần trọng lượng este của

axit béo sucroza (NEWKALGEN FS-100, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất), 1,5 phần trọng lượng muối của axit polyoxyetylenaryl phenyl ete phosphoric (NEW KALGEN FS-3PG, do Takemoto Oil & Fat Co., Ltd. sản xuất), 0,35 phần trọng lượng natri montmorillonit (KUNIPIA F, do Kuminine Industries Co., Ltd. sản xuất) và 30,45 phần trọng lượng nước trao đổi ion và chúng được trộn và được phân tán, sau đó, nghiền ướt bằng cách sử dụng Dynomill KDL (do Shinmaru Enterprises Corporation sản xuất) để thu được huyền phù trong nước (1) của mẫu B.

Mặt khác, 1,0 phần trọng lượng natri carboxymetylxenluloza (CELLOGEN 7A, do Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. sản xuất), 0,65 phần trọng lượng natri montmorillonit (KUNIPIA F, do Kuminine Industries Co., Ltd. sản xuất), và 0,1 phần trọng lượng gôm xanthan (Rhodopol 23, do Rhodia Nicca sản xuất) được thêm vào 56,65 phần trọng lượng nước trao đổi ion, hòa tan và phân tán để thu được dung dịch (1) chứa chất làm đặc.

Sau đó, 58,4 phần trọng lượng dung dịch thu được theo cách này (1) chứa chất làm đặc, 35 phần trọng lượng huyền phù trong nước (1) chứa mẫu B như thu được trên đây và 6,6 phần trọng lượng propylen glycol được trộn để trở thành 100 phần tổng trọng lượng, và sau đó khuấy và trộn hỗn hợp thu được để thu được chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (1)") chứa mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế) với lượng 1,8% trọng lượng.

Ví dụ điều chế 4

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (2)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu G (hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat như được thể hiện trong bảng 2) thay vì mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ điều chế 5

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (3)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu H (hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat như được thể hiện trong bảng 2) thay vì sử dụng B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ điều chế 6

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (4)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu I (hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat như được thể hiện trong bảng 2) thay vì mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ điều chế 7

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (5)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu J (hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat như được thể hiện trong bảng 2) thay vì mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ điều chế 8

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (6)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu K (hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat như được thể hiện trong bảng 2) thay vì mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ điều chế 9

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (7)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu L (hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat như được thể hiện trong bảng 2) thay vì mẫu B (nghĩa là,

hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ điều chế 10

Chế phẩm huyền phù theo sáng chế (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (8)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu M (hemihydrat theo sáng chế có mặt trong hỗn hợp với nonhydrat như được thể hiện trong bảng 2) thay vì mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ điều chế so sánh 1

Chế phẩm huyền phù so sánh (sau đây đôi khi được gọi là "chế phẩm huyền phù (9)") được sản xuất theo cách tương tự như ví dụ điều chế 3, ngoại trừ đối với sử dụng mẫu A (nghĩa là, nonhydrat của hợp chất theo sáng chế) thay vì mẫu B (nghĩa là, hemihydrat theo sáng chế).

Ví dụ thử nghiệm 1 (xác định cỡ hạt)

Đối với các chế phẩm huyền phù từ (1) đến (9), cỡ hạt (đường kính thể tích trung bình (μm)) của hạt rắn bao gồm hợp chất theo sáng chế trong mỗi chế phẩm huyền phù được xác định bằng cách sử dụng thiết bị xác định cỡ hạt loại nhiễu xạ la-de (HEROS & RODOS, do Japan Laser Corp. sản xuất, điều kiện xác định: chiều dài tiêu điểm 20mm, môi trường phân tán là nước trao đổi ion) (i) ngay sau khi điều chế và (ii) sau khi bảo quản trong điều kiện nhất định. Kết quả được thể hiện trong bảng 3 và 4.

Bảng 3

Chế phẩm huyền phù	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
Ngay sau khi điều chế	2,0	1,9	2,0	1,9	1,8
50°C, 1 tuần	1,9	2,2	2,5	2,4	2,6
50°C, 2 tuần	1,9	2,2	2,5	2,4	2,6
60°C, 1 tuần	2,0	2,2	2,5	2,5	2,7
60°C, 2 tuần	2,0	2,3	2,5	2,5	2,7

Bảng 4

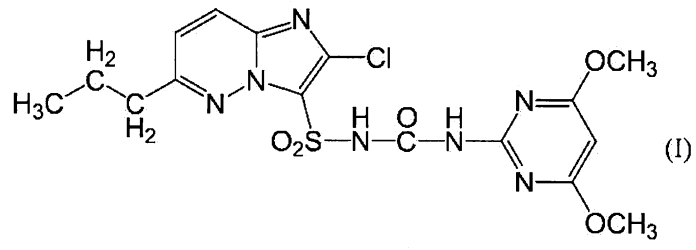
Chế phẩm huyền phù	(6)	(7)	(8)	(9)
Ngay sau khi điều chế	2,0	1,8	1,8	2,0
50°C, 1 tuần	2,9	2,9	2,8	2,8
50°C, 2 tuần	2,9	2,9	2,8	13,5
60°C, 1 tuần	3,2	3,0	3,0	11,4
60°C, 2 tuần	3,2	3,0	3,0	11,3

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Theo sáng chế, có thể thu được dạng mới của hợp chất sunphonylure có công thức (I) (nghĩa là, hợp chất theo sáng chế), mà có thể làm cho hạt rắn bao gồm hợp chất theo sáng chế khó gia tăng về kích cỡ trong chế phẩm huyền phù chứa hợp chất theo sáng chế và chế phẩm huyền phù có tính ổn định tốt hơn, sao cho sự gia tăng về kích cỡ của hạt rắn bao gồm hợp chất theo sáng chế (nghĩa là, tăng cỡ hạt) khó xảy ra trong chế phẩm huyền phù trong thời gian bảo quản.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất chế phẩm huyền phù bao gồm bước trộn hemihydrat của hợp chất sulfonylure có công thức (I):



với chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt và nước.

2. Chế phẩm huyền phù thu được bằng cách trộn hemihydrat theo điểm 1 với chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt và nước.

3. Chế phẩm huyền phù thu được bằng cách trộn hemihydrat theo điểm 1 với chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt, chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp và nước.

4. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước trộn hemihydrat của hợp chất sulfonylure có công thức (I) với chất làm đặc, chất hoạt động bề mặt, chất phụ trợ dùng cho chế phẩm nông nghiệp và nước.