



(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) 
1-0021239

(51)⁷ **A01N 25/28, 51/00, A01P 7/04, B01J**
13/16

(13) **B**

(21) 1-2011-03218

(22) 28.05.2010

(86) PCT/JP2010/059489 28.05.2010

(87) WO2010/137743A1 02.12.2010

(30) 2009-130143 29.05.2009 JP

(45) 25.07.2019 376

(43) 26.03.2012 288

(73) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED (JP)

27-1, Shinkawa 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 104-8260 Japan

(72) IUCHI, Seiji (JP), TAKABE, Rie (JP)

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VI NANG VÀ VI NANG ĐƯỢC SẢN XUẤT BẰNG PHƯƠNG PHÁP NÀY**

(57) **Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất vi nang bao gồm các bước:**

(1) giữ hỗn hợp gồm clothianidin, methyl O-axetylricinoleat và sản phẩm cộng của tolylen diisoxyanat và trimetylolpropan ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn:

(2) sau đó bổ sung hỗn hợp này vào nước chứa etylen glycol và tạo thành các giọt chất lỏng trong nước; và

(3) tạo hình màng chứa polyuretan xung quanh các giọt này.

Sáng chế cũng đề cập đến vi nang được sản xuất bằng phương pháp này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vi nang và vi nang được sản xuất bằng phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết vi nang, trong đó giọt chất lỏng mà chứa hợp chất trừ sâu được tạo huyền phù trong este của axit béo như methyl O-axetylricinoleat được bao ngoài bằng chất dẻo (xem US 2009/0142406A1).

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Chế phẩm vi nang chứa hợp chất trừ sâu là chế phẩm được mong đợi để kiểm soát thời gian giải phóng của hợp chất trừ sâu được chứa trong đó.

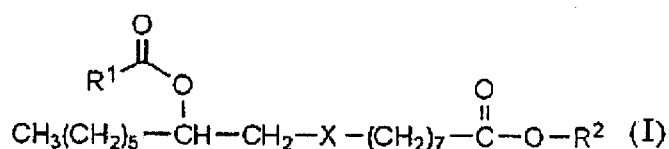
Mục đích của sáng chế là đề xuất kỹ thuật làm chậm thời gian giải phóng của hợp chất trừ sâu nhờ vi nang mà chứa hợp chất trừ sâu trong este của axit béo như methyl O-axetylricinoleat.

Tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng thời gian giải phóng hợp chất trừ sâu khỏi vi nang được làm chậm khi vi nang được sản xuất bằng cách sử dụng hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, este của axit béo như methyl O-axetylricinoleat và polyisoxyanat mà được bảo quản ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn. Tác giả sáng chế cũng đã phát hiện ra rằng vi nang được sản xuất bằng phương pháp sản xuất này có sự ổn định ánh sáng tuyệt vời so với vi nang thông thường.

Sáng chế đề xuất các giải pháp kỹ thuật sau:

[1] Phương pháp sản xuất vi nang bao gồm các bước:

(1) giữ hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn:



trong đó X là $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ hoặc $-\text{CH}=\text{CH}-$, R^1 là nhóm C1-C4 alkyl và R^2 là nhóm C1-C4 alkyl;

(2) sau đó bổ sung hỗn hợp này vào nước chứa polyol hoặc polyamin và tạo thành các giọt chất lỏng trong nước; và

(3) tạo hình màng polyuretan hoặc polyure xung quanh các giọt này;

[2] Phương pháp theo mục [1], trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) nằm trong khoảng từ 10:100 đến 100:100;

[3] Phương pháp theo mục [1] hoặc [2], trong đó hợp chất có công thức (I) là C1-C4 alkyl este của axit O-axetylricinoleic;

[4] Phương pháp theo mục [1] hoặc [2], trong đó hợp chất có công thức (I) là metyl O-axetylricinoleat;

[5] Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó hợp chất trừ sâu là hợp chất trừ sâu dạng rắn;

[6] Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó hợp chất trừ sâu là hợp chất neonicotinoit;

[7] Phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó hợp chất trừ sâu là clothianidin; và

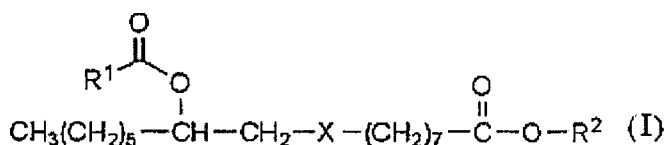
[8] Vi nang được sản xuất bằng phương pháp theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7].

Với phương pháp sản xuất vi nang theo sáng chế, có thể thu được vi nang mà nhờ đó sự giải phóng hợp chất trừ sâu được kiểm soát nhiều hơn so với sự giải phóng hợp chất trừ sâu từ vi nang thông thường.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương pháp sản xuất vi nang theo sáng chế bao gồm các bước:

(1) giữ hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn:



trong đó X là $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ hoặc $-\text{CH}=\text{CH}-$, R^1 là nhóm C1-C4 alkyl và R^2 là nhóm C1-C4 alkyl;

(2) sau đó bổ sung hỗn hợp này vào nước chứa polyol hoặc polyamin và tạo thành các giọt chất lỏng trong nước; và

(3) tạo hình màng polyuretan hoặc polyure xung quanh các giọt này.

Theo sáng chế, hợp chất trừ sâu tốt hơn là hợp chất trừ sâu dạng rắn. Như được sử dụng ở đây, hợp chất trừ sâu dạng rắn thường là hợp chất có hoạt tính trừ sâu và có điểm sôi là 15°C hoặc lớn hơn, tốt hơn là 50°C hoặc lớn hơn. Tốt hơn

nữa, hợp chất trừ sâu dạng rắn như được sử dụng ở đây là hợp chất có hoạt tính trừ sâu mà điểm sôi của nó là 15°C hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 50°C hoặc lớn hơn và độ tan của nó là 5% trọng lượng hoặc nhỏ hơn trong hợp chất có công thức (I) trên đây.

Các ví dụ về hợp chất trừ sâu được sử dụng theo sáng chế bao gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất diệt nấm, hợp chất diệt cỏ, hợp chất điều chỉnh sự phát triển của côn trùng, hợp chất điều chỉnh sự phát triển của thực vật và hợp chất đuổi côn trùng.

Các ví dụ về hợp chất trừ sâu bao gồm hợp chất cacbamat như propoxur, isoprocarb, xylylcarb, metolcarb, XMC, carbaryl, pirimicarb, carbofuran, methomyl, fenoxycarb, alanycarb và metoxadiazon; hợp chất photpho hữu cơ như axephat, phenthoat, vamidothion, triclofon, monocrotophos, tetraclovinphos, dimethylvinphos, phosalon, clopyrifos, clopyrifos-metyl, pyridaphenthion, quinalphos, methidathion, methamidophos, dimethoat, formothion, azinphos-ethyl, azinphos-metyl và salithion; hợp chất neonicotinoit như imidacloprid, nitenpyram, axetamiprid, clothianidin và thiamethoxam; 4-clo-2-(2-clo-2-metylpropyl)-5-(6-iodo-3-pyridylmetoxy)pyridazin-3(2H)-on, cartap, buprofezin, thioxycam, bensultap, fenoxycarb, fenazaquin, fenpyroximat, pyridaben, hydrametylnon, thiodicarb, clofenapyr, fenproximat, pymetrozin, pyrimidifen, tebufenozit, tebufenpyrad, triazamat, indoxacarb, sulfluramit, milbemectin, abamectin và paradiclobenzen.

Các ví dụ về hợp chất diệt nấm bao gồm các hợp chất benzimidazol như benomyl, carbendazim, thiabendazol và thiophanat-metyl; các hợp chất phenylcarbamat như diethofencarb; hợp chất dicarboxyimit như proxymidon, iprodion và vinclozolin; hợp chất azol như diniconazol, propenazol, epoxyconazol, tebuconazol, difenoconazol, xyproconazol, flusilazol và triadimefon; hợp chất

axylalanin như metalaxyl; hợp chất carboxyamid như furametpyr, mepronil, flutolanil và trifluzamit; hợp chất phospho hữu cơ như tolclofos-metyl, fosetyl-nhôm và pyrazophos; hợp chất anilinopyrimidin như pyrimethanil, mepanipyrin và xyprodinil; hợp chất xyanopyrrol như fludioxonil và fenpiclonil; clothalonil, manzeb, captan, folpet, trioxyclozol, pyroquilon, probenazol, fthalogenua, xymoxanil, dimethomorph, famoxadon, axit oxolinic và muối của nó, fluazinam, ferimzon, dicloxymet, chlobenthiazon, isovaledion, tetracloisophthalonitril, thiophthalimit oxybisphenoxyarsin và 3-iodo-2-propylbutylcarbamate.

Các ví dụ về hợp chất diệt cỏ bao gồm hợp chất triazin như atrazin và metribuzin; hợp chất urê như fluometuron và isoproturon; hợp chất hydroxybenzonitril như bromoxynil và ioxynil; hợp chất 2,6-dinitroanilin như pendimethalin và trifluralin; hợp chất axit aryloxyalkanoic và muối của nó như 2,4-D, dicamba, fluroxypyr và mecoprop; hợp chất sulfonylure như bensulfuron-metyl, metsulfuron-metyl, nicosulfuron, primisulfuron-metyl và xyclosulfamuron; hợp chất imidazolinon và muối của nó như imazapyr, imazaquin và imazethapyr; sulfentrazon, paraquat, flumetsulam, triflusulfuron-metyl, fenoxaprop-p-etyl, xyhalofop-butyl, diflufenican, norflurazon, isoxaflutol, muối glufosinat amoni, muối glyphosat, bentazon, benthicarb, mefenacet, propanil, fluthiamit, flumicloac-pentyl và flumioxazin.

Các ví dụ về hợp chất điều chỉnh sự phát triển của côn trùng bao gồm các hợp chất benzoylure như diflubenzuron, cloflumuron, lufenuron, hexaflumuron, flufenoxuron, flucycloxuron, xyromazin, diafenthiuron, hexythiazox, novaluron, teflubenzuron, triflumuron, 1-(2,6-diflobenzoyl)-3-[2-flo-4-(triflometyl)phenyl]ure, 1-(2,6-diflobenzoyl)-3-[2-flo-4-(1,1,2,3,3,3-hexafluoropropoxy) phenyl]ure và 1-(2,6-diflobenzoyl)-3-[2-flo-4-(1,1,2,2-tetrafluoroethoxy)phenyl]ure; và pyriproxyfen.

Các ví dụ về hợp chất điều chỉnh sự phát triển của thực vật bao gồm

hydrazit của axit maleic, clomequat, ethephon, gibberellin, mepichat cloua, thidiazuron, inabenfit, paclobutrazol và uniconazol.

Các ví dụ về hợp chất đuôi côn trùng bao gồm 1S,3R,4R,6R-caran-3,4-diol và dipropyl 2,5-pyridindicarboxylat.

Các ví dụ về các nhóm C1-C4 alkyl được đại diện bởi R^1 hoặc R^2 trong công thức (I), như được sử dụng ở đây, bao gồm nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm propyl và nhóm butyl.

Hợp chất có công thức (I) có thể thu được bằng cách biến đổi nhóm carboxyl của axit ricinoleic hoặc axit 12-hydroxystearic thành nhóm alkoxycarbonyl bằng cách ngưng tụ với hợp chất rượu thấp và biến đổi tiếp nhóm hydroxyl của ricinoleat hoặc 12-hydroxystearat thành nhóm axyloxy bằng cách ngưng tụ với axit béo thấp.

Các ví dụ về hợp chất có công thức (I) bao gồm các este C1-C4 alkyl của axit O-axetylricinoleic và các este C1-C4 alkyl của axit 12-axetoxystearic.

Các ví dụ cụ thể hơn về hợp chất có công thức (I) bao gồm:

metyl O-axetylricinoleat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_3]$,

etyl O-axetylricinoleat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3]$,

butyl O-axetylricinoleat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3]$,

metyl 12-axetoxysteareat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}_2\text{CH}_3]$ và butyl 12-axetoxysteareat $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OCOCH}_3)(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}_2(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3]$.

Các ví dụ về polyisoxyanat được sử dụng theo sáng chế bao gồm

hexametylen diisoxyanat, hỗn hợp hexametylen diisoxyanat và trimetylolpropan, chất ngưng tụ biuret chứa 3 phân tử hexametylen diisoxyanat, hỗn hợp tolylen diisoxyanat và trimetylolpropan, chất ngưng tụ isoxyanurat của tolylen diisoxyanat, chất ngưng tụ isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat, chất ngưng tụ isoxyanurat của isophoron diisoxyanat, isoxyanat prepolymer trong đó một phần isoxyanat của hexametylen diisoxyanat tạo thành hợp phần isoxyanurat cùng với 2 phân tử tolylen diisoxyanat và phần isoxyanat còn lại tạo thành hợp phần isoxyanurat cùng với 2 phân tử hexametylen diisoxyanat khác, 4,4'-metylen bis(xyclohexylisoxyanat) và trimetylhexametylen diisoxyanat.

Theo sáng chế, tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I), tức là, tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) thường nằm trong khoảng từ 10:100 đến 100:100, tốt hơn là từ 20:100 đến 40:100.

Lượng polyisoxyanat được sử dụng theo sáng chế thường được xác định phụ thuộc vào lượng màng vi nang được sản xuất. Lượng màng vi nang được sản xuất thường nằm trong khoảng từ 5 đến 45% trọng lượng, tốt hơn là từ 10 đến 30% trọng lượng toàn bộ vi nang. Lượng polyisoxyanat được sử dụng theo sáng chế thường nằm trong khoảng từ 25 đến 90% trọng lượng, tốt hơn là từ 40 đến 70% trọng lượng của trọng lượng màng vi nang.

Hợp chất trừ sâu thường được hòa tan hoặc tạo huyền phù trong hợp chất có công thức (I).

Khi hợp chất trừ sâu được hòa tan trong hợp chất có công thức (I), hỗn hợp hợp chất trừ sâu này, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat mà được sử dụng trong bước (1) có thể được điều chế bằng cách trộn hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat.

Khi hợp chất trừ sâu là hợp chất trừ sâu dạng rắn, huyền phù hợp chất trừ sâu dạng rắn trong hợp chất có công thức (I) có thể được tạo ra theo tính tan của hợp chất trừ sâu dạng rắn trong hợp chất có công thức (I) và tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu dạng rắn với hợp chất có công thức (I). Khi hợp chất trừ sâu dạng rắn được tạo huyền phù trong hợp chất có công thức (I), hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat được sử dụng trong bước (1) có thể được điều chế, ví dụ bằng cách nghiền hợp chất trừ sâu dạng rắn với hợp chất có công thức (I) để thu được huyền phù và sau đó thêm polyisoxyanat vào huyền phù thu được.

Ví dụ về phương pháp nghiền hợp chất trừ sâu dạng rắn với hợp chất có công thức (I) là phương pháp nghiền ướt, phương pháp này bao gồm việc thêm hợp chất trừ sâu dạng rắn và, hạt hoặc tương tự, nếu cần để nghiền hợp chất có công thức (I) và sau đó nghiền hợp chất bằng thiết bị nghiền. Các ví dụ về thiết bị nghiền như thiết bị nghiền hạt, thiết bị nghiền hình cầu và thiết bị nghiền hình thanh và thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh. Các ví dụ cụ thể về thiết bị nghiền bao gồm Attritor (do MITSUI MIKE MACHINERY CO., LTD. sản xuất), thiết bị nghiền Dyno (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất), thiết bị nghiền Colloid (do PRIMIX CORP. sản xuất) và thiết bị nghiền Pearl (do ASHIZAWA FINETECH, LTD. sản xuất). Các ví dụ cụ thể về thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh bao gồm Polytron Homogenizer (do KINEMATICA AG sản xuất).

Nghiền hợp chất trừ sâu dạng rắn với hợp chất có công thức (I) có thể đạt được theo 2 hoặc nhiều lần vận hành. Để nghiền hợp chất trừ sâu dạng rắn với hợp chất có công thức (I), ví dụ, hợp chất trừ sâu dạng rắn có thể được nghiền thô trong lần vận hành thứ nhất và sau đó nghiền mịn trong lần vận hành thứ hai. Ví dụ về phương pháp nghiền hợp chất trừ sâu dạng rắn với hợp chất có công thức (I) trong 2 lần vận hành là phương pháp mà bao gồm việc sử dụng thiết bị tạo đồng

nhất quay-tĩnh đối với lần vận hành thứ nhất và sử dụng thiết bị nghiền ở lần vận hành thứ hai.

Khi hợp chất trừ sâu dạng rắn được tạo huyền phù trong hợp chất có công thức (I), kích thước hạt của hợp chất trừ sâu dạng rắn được tạo huyền phù trong hợp chất có công thức (I) thường là $10\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến $5\mu\text{m}$ theo giới hạn về đường kính. Tốt hơn là, dựa vào thể tích thô của hạt hợp chất trừ sâu dạng rắn được tạo huyền phù trong hợp chất có công thức (I), thể tích thực của hạt có đường kính $10\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn là 10% hoặc nhỏ hơn.

Theo sáng chế, hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat có thể còn chứa dung môi hữu cơ. Các ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm các hydrocacbon béo như trimethylpentan, các hydrocacbon thơm như phenylxylyletan, alkylbenzen và alkyl-naphthalen, các ete như 2-ethylhexyl ete và dầu thực vật như dầu hạt bông. Khi hỗn hợp chứa dung môi hữu cơ, tỷ lệ trọng lượng của dung môi hữu cơ dựa trên trọng lượng của hợp chất có công thức (I) thường là 1/2 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 3/7 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 1/4 hoặc nhỏ hơn.

Trong bước (1) của phương pháp sản xuất vi nang theo sáng chế, hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat thu được theo cách này được bảo quản ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn, tốt hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 40°C trong thời gian 5 giờ hoặc lâu hơn.

Trong khi hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat được bảo quản ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C , hỗn hợp có thể được khuấy hoặc để đứng yên. Trong bước (1), hỗn hợp thường được kiểm soát để được bảo quản ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C .

Trong bước (2) của phương pháp sản xuất vi nang theo sáng chế, hỗn hợp thu được ở bước (1) được bổ sung vào nước chứa polyol hoặc polyamin và giọt chất lỏng được tạo thành trong nước.

Khi nước chứa polyol trong bước này, vi nang với màng polyuretan được tạo thành. Khi nước chứa polyamin trong bước này, vi nang với màng polyure được tạo thành.

Nước chứa polyol có thể được điều chế, ví dụ, bằng cách trộn nước với polyol. Nước chứa polyamin có thể được điều chế, ví dụ, bằng cách trộn nước với polyamin hoặc muối polyamin.

Các ví dụ về polyol như được sử dụng ở đây bao gồm etylen glycol, propylen glycol, butylen glycol và xyclopropylen glycol. Các ví dụ về polyamin như được sử dụng ở đây bao gồm etylendiamin, hexametylendiamin, diethyltriamin và trietylentetramin.

Lượng polyol hoặc polyamin được sử dụng theo sáng chế thường được xác định phụ thuộc vào lượng màng vi nang được tạo thành. Lượng polyol được sử dụng theo sáng chế thường nằm trong khoảng từ 5 đến 80% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng của lượng màng vi nang. Lượng polyamin được sử dụng theo sáng chế thường nằm trong khoảng từ 5 đến 80% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 60% trọng lượng của lượng màng vi nang.

Tỷ lệ trọng lượng của nước được sử dụng trong bước (2) thường nằm trong khoảng từ 0,8 đến 2 lần trọng lượng hỗn hợp thu được trong bước (1). Do nước được sử dụng trong bước (2), nên tốt hơn là nước khử ion được sử dụng. Nước được sử dụng trong bước (2) có thể chứa chất làm đầy, nếu cần.

Các ví dụ về chất làm đầy bao gồm các polysacarit tự nhiên như gồm

xanthan, gôm rhamosan, gôm châu chấu phá đậu, carrageenan, gôm welan và gôm Ả-rập; các polyme tổng hợp như natri polyacrylat; polyme bán tổng hợp như carboxymetyl xenluloza; bột khoáng như nhôm magiê silicat, smectit, bentonit, hectorit và silic dioxit được hun khói; và alumin sol.

Ví dụ về phương pháp tạo thành giọt chất lỏng trong nước trong bước (2) là phương pháp bao gồm việc bổ sung hỗn hợp thu được trong bước (1) vào nước chứa polyol hoặc polyamin và sau đó khuấy hỗn hợp thu được bằng thiết bị khuấy. Các ví dụ về thiết bị khuấy được sử dụng trong vận hành này bao gồm thiết bị khuấy cánh quạt, thiết bị khuấy tua bin và thiết bị khuấy cắt tốc độ cao. Các ví dụ cụ thể về thiết bị khuấy bao gồm T.K. Homo Mixer, T.K. Homomic Line flow, T.K. Pipeline Homo Mixer và T.K. Fill Mix (do PRIMIX CORP sản xuất); Clearmix (do M TECHNIQUE CO., LTD. sản xuất); Polytron Homogenizer và Megatron Homogenizer (do KINEMATICA sản xuất); và Supraton (do TSUKISHIMA KIKAI CO., LTD. sản xuất).

Kích thước hạt của vi nang cuối cùng được sản xuất bằng phương pháp theo sáng chế hầu hết là giống với kích thước của giọt chất lỏng được tạo thành trong bước (2). Giọt chất lỏng được tạo thành trong bước (2) và vi nang được tạo thành cuối cùng bằng phương pháp theo sáng chế có đường kính hạt thường nằm trong khoảng từ 1 đến 80 μ m, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 50 μ m theo giới hạn đường kính.

Giọt chất lỏng tồn tại trong nước thu được trong bước (2) được tạo thành chứa dung dịch polyisoxyanat trong hợp chất có công thức (I). Polyisoxyanat được chứa trong giọt chất lỏng được polyme hóa với polyol hoặc polyamin tồn tại trong nước ở bề mặt chung giữa giọt chất lỏng và nước. Do đó, polyuretan hoặc màng polyure được tạo thành xung quanh giọt chất lỏng để thu được huyền phù trong nước chứa vi nang.

Đối với màng polyuretan, màng chất dẻo polyuretan được tạo thành xung quanh giọt chất lỏng, ví dụ, bằng cách gia nhiệt sự phân tán trong nước của giọt chất lỏng được tạo thành trong bước (2) từ 40 đến 80°C và sau đó giữ sự phân tán ở nhiệt độ này trong khoảng từ 0,5 đến 48 giờ kèm khuấy. Đối với màng polyure, màng chất dẻo polyure được tạo thành xung quanh giọt chất lỏng, ví dụ, bằng cách điều chỉnh sự phân tán trong nước của giọt chất lỏng mà được tạo thành trong bước (2) để làm trung hòa độ pH kiềm yếu và sau đó giữ sự phân tán ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 50°C trong thời gian từ 0,5 đến 48 giờ.

Theo phương pháp như được mô tả trên đây, vi nang được tạo thành ở dạng huyền phù trong nước.

Huyền phù trong nước chứa vi nang được tạo thành theo cách này có thể được cho vào ly tâm, lọc và phun khô để thu được chế phẩm dạng bột chứa vi nang.

Có thể bổ sung thêm chất làm dày, chất chống đông tuyết, chất bảo quản, chất điều chỉnh mật độ, chất điều chỉnh độ pH hoặc nước vào huyền phù trong nước chứa vi nang mà được tạo ra bằng phương pháp như được mô tả trên đây. Trong trường hợp này, vi nang được tạo thành theo phương pháp như vậy có thể được sử dụng như chế phẩm thuốc trừ sâu được tạo huyền phù trong nước mà chứa từ 0,1 đến 30% trọng lượng hợp chất trừ sâu.

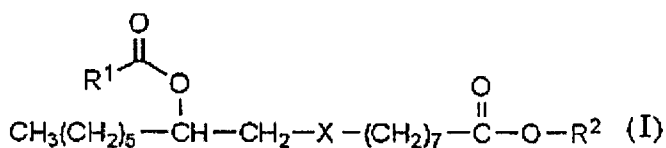
Các ví dụ về chất làm dày bao gồm các chất được mô tả trên đây. Ví dụ về chất chống tạo tuyết bao gồm propylen glycol. Các ví dụ về chất bảo quản bao gồm este của axit p-hydroxybenzoic; dẫn xuất isothiazolin như 5-clo-2-metyl-4-isothiazolin-3-on và 2-metyl-4-isothiazolin-3-on; 2-bromo-2-nitropropan-1,3-diol; và dẫn xuất của axit salixylic. Các ví dụ cụ thể về chất bảo quản bao gồm Biohope L (do K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. sản xuất) và Proxel GXL (do Avecia K.K. sản xuất). Các ví dụ về chất điều chỉnh mật độ bao gồm muối có thể

hòa tan trong nước như natri sulfat và hợp chất có thể hòa tan trong nước như ure. Các ví dụ về chất điều chỉnh độ pH bao gồm dinatri hydro phosphat, dikali hydro phosphat và natri hydroxit.

Khi hợp chất diệt loài gây hại là hợp chất trừ sâu, chế phẩm thuốc trừ sâu chứa vi nang theo sáng chế được phun vào sinh vật gây hại hoặc nơi sống của sinh vật gây hại với lượng khoảng từ 0,1 đến 1.000g/1.000m², tốt hơn là khoảng từ 1 đến 100g/1.000m² hợp chất trừ sâu.

Các ví dụ về vi nang được tạo ra theo phương pháp theo sáng chế được thể hiện dưới đây.

Vi nang được tạo ra theo phương pháp sản xuất vi nang bao gồm việc giữ hỗn hợp gồm hợp chất trừ sâu, hợp chất có công thức (I) và polyisoxyanat ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn:



trong đó, X là $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ hoặc $-\text{CH}=\text{CH}-$, R¹ là nhóm C1-C4 alkyl và R² là nhóm C1-C4 alkyl; sau đó bổ sung hỗn hợp vào nước chứa polyol hoặc polyamin và tạo thành giọt chất lỏng trong nước; và sau đó tạo hình màng polyuretan hoặc polyure xung quanh các giọt này (sau đây, được gọi là vi nang).

Vi nang, trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5µm hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt 50µm hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Vi nang, trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5µm

hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là từ 25 đến 150.

Vi nang, trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang, trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là từ 25 đến 150 và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang, trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Vi nang, trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 đến 150.

Vi nang, trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có

công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang, trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là từ 25 đến 150 và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là từ 25 đến 150.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $50\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 đến 150 và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $50\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $50\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 đến 150.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là $50\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa dẫn xuất của isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ

trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 với 150 và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, và tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 đến 150.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích

thô của hạt vi nang, tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 đến 150 và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu so với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu so với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 đến 150.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và màng được làm từ polyuretan.

Vi nang chứa chất điều chỉnh độ pH và dẫn xuất isothiazolin làm chất bảo quản và trong đó tỷ lệ trọng lượng của hợp chất trừ sâu với hợp chất có công thức (I) là nằm trong khoảng từ 20:100 đến 40:100, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt

vi nang, thể tích thực của hạt vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là nhỏ hơn 20% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang, tỷ lệ của đường kính/độ dày của màng là nằm trong khoảng từ 25 đến 150 và màng được làm từ polyuretan.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn nhờ các ví dụ điều chế và ví dụ thử nghiệm, sáng chế sẽ không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ điều chế 1

Trộn 250g clothianidin với 750g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 1-1). Hỗn hợp 1-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 1-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 1-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 1-2 có đường kính 0,5 mm.

Hỗn hợp 1-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 1-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 1-3 có đường kính 2,4 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 1,6% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 1-3 ở 20°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 1-4). Hỗn hợp 1-4 được giữ ở nhiệt độ 20°C trong thời gian 24 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là

hỗn hợp 1-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 1-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 1-6).

Hỗn hợp 1-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 1-7).

Hỗn hợp 1-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 1).

Vi nang thu được có đường kính 20,9µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5µm hoặc nhỏ hơn là 8,9% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50µm hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 2

Trộn 250g clothianidin và 750g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 2-1). Hỗn hợp 2-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 2-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 2-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 2-2 có đường kính 0,5 mm.

Hỗn hợp 2-2 được nạp vào Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150 g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 2-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 2-3 có đường kính $2,7\mu\text{m}$, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính $10\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn là 1,9% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Bổ sung 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimethylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 2-3 ở 40°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 2-4). Hỗn hợp 2-4 được giữ ở nhiệt độ 40°C trong thời gian 5 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 2-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 2-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 2-6).

Hỗn hợp 2-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 2-7).

Hỗn hợp 2-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 2).

Vi nang thu được có đường kính $17,7\mu\text{m}$, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là $5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn là 11,6% dựa trên thể tích thô của hạt vi

nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 3

Trộn 250g clothianidin và 750g methyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 3-1). Hỗn hợp 3-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 3-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 3-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 3-2 có đường kính 0,5 mm.

Hỗn hợp 3-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 3-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 3-3 có đường kính 2,5 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 1,8% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 3-3 ở 30°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 3-4). Hỗn hợp 3-4 được giữ ở nhiệt độ 30°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 3-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 3-5 được trộn (hỗn hợp thu

được được gọi là hỗn hợp 3-6).

Hỗn hợp 3-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 3-7).

Hỗn hợp 3-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 3).

Vi nang thu được có đường kính 22,5µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính 5µm hoặc nhỏ hơn là 7,9% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính 50µm hoặc lớn hơn là 0,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 4

Trộn 250g clothianidin và 750g methyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 4-1). Hỗn hợp 4-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 4-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 4-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 4-2 có đường kính 0,5 mm.

Hỗn hợp 4-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 4-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 4-3 có

đường kính 2,5 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 1,8% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 9,8g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 4-3 ở 40°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 4-4). Hỗn hợp 4-4 được giữ ở nhiệt độ 40°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 4-5).

Thêm 5,6g etylen glycol và 12,6 g gồm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 4-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 4-6).

Hỗn hợp 4-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 4-7).

Hỗn hợp 4-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 4).

Vi nang thu được có đường kính 19,8 μ m, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính 5 μ m hoặc nhỏ hơn là 9,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính 50 μ m hoặc lớn hơn là 0,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 5

Trộn 250g clothianidin và 750g metyl O-axetylrizinoleat (Ricsizer C-101,

do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 5-1). Hỗn hợp 5-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 5-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 5-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 5-2 có đường kính 0,5mm.

Hỗn hợp 5-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150 g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 5-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 5-3 có đường kính 2,9 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 3,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 5-3 ở 40°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 5-4). Hỗn hợp 5-4 được giữ ở nhiệt độ 40°C trong thời gian 10 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 5-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6 g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHI BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 5-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 5-6).

Hỗn hợp 5-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 5-7).

Hỗn hợp 5-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 5).

Vi nang thu được có đường kính 19,6µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính 5µm hoặc nhỏ hơn là 9,1% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính 50µm hoặc lớn hơn là 0,3% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 6

Trộn 250g clothianidin và 750g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 6-1). Hỗn hợp 6-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 6-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 6-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 6-2 có đường kính 0,5mm.

Hỗn hợp 6-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 6-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 6-3 có đường kính 2,9µm, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10µm hoặc lớn hơn là 3,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 6-3 ở 60°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 6-4). Hỗn hợp

6-4 được giữ ở nhiệt độ 60°C trong thời gian 3 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 6-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 6-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 6-6).

Hỗn hợp 6-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 6-7).

Hỗn hợp 6-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 6).

Vi nang thu được có đường kính 21,9µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính 5µm hoặc nhỏ hơn là 8,6% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính 50µm hoặc lớn hơn là 0,1% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 7

Trộn 250g clothianidin và 750g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 7-1). Hỗn hợp 7-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 7-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 7-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 7-2 có đường kính 0,4 mm.

Hỗn hợp 7-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 7-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 7-3 có đường kính 2,5 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 1,8% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimethylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 7-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 7-4). Hỗn hợp 7-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 7-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6 g gồm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 7-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 7-6).

Hỗn hợp 7-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 11.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 7-7).

Hỗn hợp 7-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 7).

Vi nang thu được có đường kính 13,6 μ m, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính 5 μ m hoặc nhỏ hơn là 15,9% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang

và thể tích thực của vi nang có đường kính 50 μ m hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 8

Trộn 250g clothianidin và 750 g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 8-1). Hỗn hợp 8-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 8-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 8-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 8-2 có đường kính 0,4mm.

Hỗn hợp 8-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 8-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 8-3 có đường kính 2,5 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 1,8% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 8-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 8-4). Hỗn hợp 8-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 8-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 8-5 được trộn (hỗn hợp thu

được gọi là hỗn hợp 8-6).

Hỗn hợp 8-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 7.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được gọi là hỗn hợp 8-7).

Hỗn hợp 8-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 8).

Vi nang thu được có đường kính 34,9µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính 5µm hoặc nhỏ hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50µm hoặc lớn hơn là 16,9% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 9

Trộn 375g clothianidin và 750g methyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được gọi là hỗn hợp 9-1). Hỗn hợp 9-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 9-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được gọi là hỗn hợp 9-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 9-2 có đường kính 0,6mm.

Hỗn hợp 9-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được gọi là hỗn hợp 9-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 9-3 có

đường kính 2,0 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 9-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 9-4). Hỗn hợp 9-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 9-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 9-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 9-6).

Hỗn hợp 9-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 9-7).

Hỗn hợp 9-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 9).

Vi nang thu được có đường kính 18,4 μ m, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là 11,2% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt 50 μ m hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 10

Trộn 150g clothianidin và 750 g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101,

do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 10-1). Hỗn hợp 10-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 10-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 10-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 10-2 có đường kính 0,4 mm.

Hỗn hợp 10-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 10-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 10-3 có đường kính 2,9 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 3,3% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 10-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 10-4). Hỗn hợp 10-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 10-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6 g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHI BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 10-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 10-6).

Hỗn hợp 10-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 10-7).

Hỗn hợp 10-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 10).

Vi nang thu được có đường kính 19,9 μm , trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5 μm hoặc nhỏ hơn là 9,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50 μm hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Ví dụ điều chế 11

Trộn 250g clothianidin và 750 g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 11-1). Hỗn hợp 11-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 11-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 11-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 11-2 có đường kính 0,5 mm.

Hỗn hợp 11-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 11-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 11-3 có đường kính 2,9 μm , trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μm hoặc lớn hơn là 3,3% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 11-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 11-4).

Hỗn hợp 11-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 11-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 11-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 11-6).

Hỗn hợp 11-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 11-7).

Hỗn hợp 11-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 11).

Vi nang thu được có đường kính 19,9µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5µm hoặc nhỏ hơn là 9,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50µm hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Chế phẩm huyền phù trong nước 11 được trộn với dung dịch trong nước được điều chế bằng cách trộn 68,05g nước, 0,05g gôm xanthan, 0,1g nhôm magiê silicat, 0,5g dinatri hydro phosphat và 0,1g Biohope L (chất bảo quản, do K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. sản xuất) để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang. Chế phẩm huyền phù trong nước có độ pH = 7,9.

Ví dụ điều chế 12

Trộn 250g clothianidin và 750 g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101,

do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 12-1). Hỗn hợp 12-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 12-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 12-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 12-2 có đường kính 0,5mm.

Hỗn hợp 12-2 được nạp vào Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150 g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 12-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 12-3 có đường kính 2,9 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 3,3% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 12-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 12-4). Hỗn hợp 12-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 12-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHI BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 12-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 12-6).

Hỗn hợp 12-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 12-7).

Hỗn hợp 12-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 12).

Vi nang thu được có đường kính 19,9µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5µm hoặc nhỏ hơn là 9,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50µm hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Chế phẩm huyền phù trong nước 12 được trộn với dung dịch trong nước được điều chế bằng cách trộn 68,55g nước, 0,05g gôm xanthan, 0,1g nhôm magiê silicat, 0,1g natri hydroxit và 0,1g Biohope L (chất bảo quản, do K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. sản xuất) để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang. Chế phẩm huyền phù trong nước có độ pH = 7,9.

Ví dụ điều chế 13

Trộn 250g clothianidin và 750g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 13-1). Hỗn hợp 13-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 13-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 13-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 13-2 có đường kính 0,5mm.

Hỗn hợp 13-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đây: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 13-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 13-3 có

đường kính 2,9 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 3,3% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 13-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 13-4). Hỗn hợp 13-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 13-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIN BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 13-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 13-6).

Hỗn hợp 13-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 13-7).

Hỗn hợp 13-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 13).

Vi nang thu được có đường kính 19,9 μ m, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là 9,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Chế phẩm huyền phù trong nước 13 được trộn với dung dịch trong nước được điều chế bằng cách trộn 68,05g nước, 0,05g gôm xanthan, 0,1g nhôm magiê silicat, 0,5g dikali hydro phosphat và 0,1g Biohope L (chất bảo quản, do K.I.

CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. sản xuất) để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang. Chế phẩm huyền phù trong nước có độ pH = 7,2.

Ví dụ điều chế 14

Trộn 250g clothianidin và 750g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 14-1). Hỗn hợp 14-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 14-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 14-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 14-2 có đường kính 0,5 mm.

Hỗn hợp 14-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 14-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 14-3 có đường kính 2,9 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 3,3% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimetylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 14-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 14-4). Hỗn hợp 14-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 14-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHIH BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 14-5 được trộn (hỗn hợp thu

được gọi là hỗn hợp 14-6).

Hỗn hợp 14-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được gọi là hỗn hợp 14-7).

Hỗn hợp 14-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 14).

Vi nang thu được có đường kính 19,9µm, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5µm hoặc nhỏ hơn là 9,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50µm hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Chế phẩm huyền phù trong nước 14 được trộn với dung dịch trong nước được điều chế bằng cách trộn 68,25g nước, 0,05g gôm xanthan, 0,1g nhôm magiê silicat, 0,3g dinatri hydro phosphat và 0,1g Biohope L (chất bảo quản, do K.I. CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. sản xuất) để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang. Chế phẩm huyền phù trong nước có độ pH = 6,2.

Ví dụ điều chế 15

Trộn 250g clothianidin và 750g metyl O-axetylricinoleat (Ricsizer C-101, do Itoh Oil Chemicals Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng: 95,5%) (hỗn hợp thu được gọi là hỗn hợp 15-1). Hỗn hợp 15-1 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất quay-tĩnh (Polytron Homogenizer, do KINEMATICA AG sản xuất) để nghiền clothianidin được chứa trong hỗn hợp 15-1 trong thời gian khoảng 10 phút (hỗn hợp thu được gọi là hỗn hợp 15-2). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 15-2 có đường kính 0,5 mm.

Hỗn hợp 15-2 được nạp vào máy nghiền Dyno Mill (do WILLY A. BACHOFEN AG. MASCHINENFABRIK sản xuất, kích thước bình: 600 mL mà được đổ đầy bởi 1,150g thủy tinh hình cầu có đường kính 1mm, tốc độ quay đầy: 12 m/giây là tốc độ ngoại vi) ở tốc độ 3 L/giờ để nghiền tiếp hạt clothianidin (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 15-3). Hạt clothianidin trong hỗn hợp 15-3 có đường kính 2,9 μ m, trong đó thể tích thực của hạt có đường kính 10 μ m hoặc lớn hơn là 3,3% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Thêm 21,6g polyisoxyanat (Sumidur L-75, hỗn hợp gồm trimethylolpropan và toluendiisoxyanat, do SUMIKA BAYER URETAN CO., LTD. sản xuất) vào 100g hỗn hợp 15-3 ở nhiệt độ 25°C (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 15-4). Hỗn hợp 15-4 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 20 giờ (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 15-5).

Thêm 12,4g etylen glycol và 12,6g gôm Ả-rập (Arabic Cole SS do SAN-EI YAKUHI BOEKI CO., LTD. sản xuất) vào 108,8g nước (nước khử ion) để tạo thành pha nước. Tất cả pha nước và tất cả hỗn hợp 15-5 được trộn (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 15-6).

Hỗn hợp 15-6 được khuấy bằng thiết bị tạo đồng nhất (T.K. Autohomomixer, do PRIMIX CORP. sản xuất, tốc độ quay vòng: 9.000 vòng/phút) ở nhiệt độ phòng để tạo thành giọt chất lỏng trong nước (hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp 15-7).

Hỗn hợp 15-7 được khuấy ở 60°C trong thời gian 24 giờ để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang clothianidin (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước 15).

Vi nang thu được có đường kính 19,9 μ m, trong đó thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 5 μ m hoặc nhỏ hơn là 9,4% dựa trên thể tích thô của hạt vi

nang và thể tích thực của vi nang có đường kính hạt là 50 μ m hoặc lớn hơn là 0% dựa trên thể tích thô của hạt vi nang.

Chế phẩm huyền phù trong nước 15 được trộn với dung dịch trong nước được điều chế bằng cách trộn 68,35g nước, 0,05g gôm xanthan, 0,1g nhôm magiê silicat và 0,2g Proxel GXL (chất bảo quản, do Avecia K.K. sản xuất) để thu được chế phẩm huyền phù trong nước chứa vi nang. Chế phẩm huyền phù trong nước có độ pH = 7,4.

Ví dụ điều chế so sánh 1

Chế phẩm huyền phù trong nước (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 1) được điều chế theo cách tương tự như trong Ví dụ điều chế 1 ngoại trừ hỗn hợp 1-4 được giữ ở nhiệt độ 20°C trong thời gian 1 giờ.

Ví dụ điều chế so sánh 2

Chế phẩm huyền phù trong nước (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 2) được điều chế theo cách tương tự như trong Ví dụ điều chế 5 ngoại trừ hỗn hợp 5-4 được giữ ở nhiệt độ 40°C trong thời gian 1 giờ.

Ví dụ điều chế so sánh 3

Chế phẩm huyền phù trong nước (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 3) được điều chế theo cách tương tự như trong Ví dụ điều chế 1 ngoại trừ hỗn hợp 1-4 được giữ ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 1 giờ.

Ví dụ điều chế so sánh 4

Chế phẩm huyền phù trong nước (sau đây, được gọi là chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 4) được điều chế theo cách tương tự như trong Ví dụ điều chế 1 ngoại trừ hỗn hợp 1-4 được giữ ở nhiệt độ 60°C trong thời gian 0,5 giờ.

Ví dụ thử nghiệm 1

Hỗn hợp gồm 0,5g mỗi chế phẩm huyền phù trong nước được thể hiện trong Bảng 1 sau đây với 249,5g nước được để yên ở nhiệt độ phòng trong 2 giờ. Sau đó, ly tâm hỗn hợp ở 3.000 vòng/phút trong 15 giờ. Tách khoảng 1mL dịch nổi và 10 μ L trong số 1mL được cho vào sắc ký lỏng tầng cao để phân tích lượng clothianidin. Dựa trên giá trị phân tích thu được theo cách này, lượng clothianidin được chứa trong dịch nổi và lượng clothianidin được chứa trong vi nang được tính toán. Tỷ lệ còn lại của clothianidin được chứa trong vi nang dựa trên lượng clothianidin được chứa ban đầu trong vi nang được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

	Tỷ lệ còn lại của clothianidin được chứa trong vi nang (%)
Chế phẩm huyền phù trong nước 1	79
Chế phẩm huyền phù trong nước 2	78
Chế phẩm huyền phù trong nước 3	79
Chế phẩm huyền phù trong nước 4	91
Chế phẩm huyền phù trong nước 5	82
Chế phẩm huyền phù trong nước 6	76
Chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 1	39
Chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 2	41
Chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 3	45
Chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 4	38

Ví dụ thử nghiệm 2

Mỗi trong số các chế phẩm huyền phù trong nước được thể hiện trong Bảng 2 sau đây được pha loãng 200 lần với nước. Sau đó, 0,4mL dung dịch được rải lên đĩa thủy tinh petri có đường kính 6cm. Sau đó, làm khô dung dịch trong không

khí ở nhiệt độ phòng. Cho đĩa petri tiếp xúc với ánh sáng mặt trời trong thời gian 250 giờ (độ rọi tích lũy: 1810 Lx).

Thêm 10mL axetonitril vào đĩa petri và sau đó khuấy. Sau đó, 10 μ L hỗn hợp được cho vào sắc ký lỏng tầng cao để phân tích lượng clothianidin. Dựa trên giá trị phân tích thu được theo cách này, lượng clothianidin còn lại trong đĩa petri được tính toán. Tỷ lệ còn lại của clothianidin dựa trên lượng clothianidin được chứa trong dung dịch ban đầu rải lên đĩa petri được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

	Tỷ lệ còn lại của clothianidin (%)
Chế phẩm huyền phù trong nước 1	79
Chế phẩm huyền phù trong nước 2	81
Chế phẩm huyền phù trong nước 3	86
Chế phẩm huyền phù trong nước 4	89
Chế phẩm huyền phù trong nước 5	82
Chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 1	54
Chế phẩm huyền phù trong nước so sánh 3	61

Khả năng áp dụng công nghiệp

Theo phương pháp sản xuất vi nang theo sáng chế, có thể sản xuất vi nang có thời gian giải phóng chậm hợp chất trừ sâu được chứa trong đó so với vi nang thông thường.

YÊU CẦU BẢO HỘ**1. Phương pháp sản xuất vi nang bao gồm các bước:**

(1) giữ hỗn hợp gồm clothianidin, metyl O-axetylricinoleat và sản phẩm cộng của tolylen diisoxyanat và trimetylolpropan ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 60°C trong thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn:

(2) sau đó bổ sung hỗn hợp này vào nước chứa etylen glycol và tạo thành các giọt chất lỏng trong nước; và

(3) tạo hình màng chứa polyuretan xung quanh các giọt này.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó tỷ lệ trọng lượng của clothianidin với metyl O-axetylricinoleat nằm trong khoảng từ 10:100 đến 100:100.

3. Vi nang được sản xuất bằng phương pháp theo điểm 1 hoặc 2.